

## Gelbes Wolframoxid (WO<sub>3</sub>)

### Physikalische und chemische Eigenschaften, Prozesse und Anwendungen

**CTIA GROUP LTD**

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

**COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**

## Einführung in die CTIA GROUP

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

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

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

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



### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

## CTIA-GRUPPE

### Wolframtrioxid (Gelbes Wolfram, WO<sub>3</sub>, Gelbes Wolframtrioxid, YTO) Einführung

#### 1. Überblick über Wolframtrioxid

CTIA GROUP Wolframtrioxid (als gelbes Wolfram bezeichnet, WO<sub>3</sub>) wird durch Ammoniumparawolframat-Hochtemperaturkalzinierungsverfahren hergestellt, das die Anforderungen von GB / T 3457-2013 "Wolframoxid" erstklassiges Produkt erfüllt. Gelbes Wolfram wird aufgrund seiner hellgelben Kristallpulverform, seiner hohen Reinheit und chemischen Stabilität häufig bei der Herstellung von Wolframpulver, Hartmetall, Wolframdraht und Keramikfarbstoffen verwendet. Die CTIA GROUP hat es sich zur Aufgabe gemacht, hochwertige gelbe Wolframprodukte anzubieten, um die Anforderungen der Pulvermetallurgie und der industriellen Fertigung zu erfüllen.

#### 2. Eigenschaften von Wolframtrioxid

Chemische Zusammensetzung: WO<sub>3</sub>.

Reinheit: ≥99,95% mit sehr geringem Gehalt an Verunreinigungen.

Aussehen: Hellgelbes Kristallpulver, einheitliche Farbe.

Polymorph: monokline (am häufigsten bei Raumtemperatur), Raumgruppe P21/n.

Hohe Stabilität: stabil an der Luft, unlöslich in Wasser und anorganischen Säuren außer Flusssäure.

Reaktivität: Es kann durch Wasserstoff (>650°C) oder Kohlenstoff (1000-1100°C) zu Wolframpulver reduziert werden.

Gleichmäßigkeit: Gleichmäßige Partikelverteilung, geeignet für die nachgelagerte Verarbeitung.

#### 3. Spezifikationen von Wolframtrioxid

Index	CTIA GROUP Gelbes Wolfram Standard der ersten Klasse
WO <sub>3</sub> -Gehalt (Gew.-%)	99,95 ≥
Verunreinigung (Gew.-%, 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
Feuchtigkeit (Gew.-%)	0,05 ≤
Teilchengröße	1-10 (µm, FSSS)
Lose Dichte	2,0-2,5 (g/cm <sup>3</sup> )
Anpassung	Partikelgrößen- oder Verunreinigungsgrenzen können je nach Kundenwunsch angepasst werden

#### 4. Wolframtrioxid-Verpackung und Garantie

Verpackung: Innere versiegelte Plastiktüte, äußere Eisentrommel oder gewebte Tasche, Nettogewicht 50 kg oder 100 kg, feuchtigkeitsbeständiges Design.

Garantie: Jede Charge wird mit einem Qualitätszertifikat geliefert, das den WO<sub>3</sub>-Gehalt, die Verunreinigungsanalyse, die Partikelgröße (FSSS-Methode), die Losdichte und die Feuchtigkeitsdaten enthält.

#### 5. Informationen zur Beschaffung von Wolframtrioxid

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

**Physikalische und chemische Eigenschaften, Verfahren und Anwendung von gelbem  
Wolframoxid (Wolframtrioxid).  
Gelbes Wolframoxid (WO<sub>3</sub>)**

**Physikalische und chemische Eigenschaften, Prozesse und Anwendungen**

**Vorwort**

Zweck und Bedeutung des Schreibens

Überblick über die Forschung und Anwendung von gelbem Wolframoxid

Ziel-Leserschaft

Danke

---

**Kapitel 1: Einführung**

**1.1 Definition und Geschichte von gelbem Wolframoxid**

**1.2 Die Familie der Wolframverbindungen und ihre Bedeutung**

**1.3 Zusammenhang zwischen gelbem Wolframoxid und Ammoniummetawolframat**

**1.4 Überblick über Aufbau und Inhalt des Buches**

**Referenzen**

---

**Kapitel 2: Chemische und physikalische Eigenschaften**

**2.1 Chemische Zusammensetzung und Summenformel (WO<sub>3</sub>)**

**2.2 Physikalische Form und Aussehen (gelbes Pulver)**

**2.3 Löslichkeit und chemische Stabilität**

Verhalten in Wasser, Säuren, Laugen

Redox-Eigenschaften

**2.4 Dichte, Schmelzpunkt und Siedepunkt**

**2.5 Thermodynamische Daten (Enthalpie, Entropie, spezifische Wärmekapazität)**

**2.6 Vergleich von gelbem Wolframoxid mit anderen Wolframoxidformen**

**Referenzen**

---

**Kapitel 3: Kristallstruktur und -phase**

**3.1 Monokline Struktur (häufigste Phase)**

Gitterparameter und Raumgruppen

Eigenschaften der Röntgenbeugung (XRD)

**3.2 Sonstige kristalline Phasen (hexagonal, tetragonal, kubisch)**

Phasenübergangsbedingungen und Temperaturabhängigkeit

**3.3 Defektstruktur und Dotierungseffekt**

**3.4 Strukturelle Eigenschaften von WO<sub>3</sub> im Nanometerbereich**

Der Einfluss der Partikelgröße auf die kristalline Phase

**COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**

## Referenzen

---

### Kapitel 4: Produktionsprozess

#### 4.1 Rohstoffe und Vorprodukte

Zubereitung und Abbau von Ammoniummetawolframat (AMT).

Wolframsäure ( $H_2WO_4$ ) und Wolframerz

#### 4.2 Industrielle Produktionsmethoden

焙烧法 (500-700°C)

Wasserstoffreduktionsverfahren (indirekte Aufbereitung von  $WO_3$ )

Nasschemie (Fällung & Wärmebehandlung)

#### 4.3 Techniken der Laborsynthese

Hydrothermales Verfahren

Solvotherme Methode

Mikrowellengestützte Synthese

#### 4.4 Optimierung der Prozessparameter

Einfluss von Temperatur, Atmosphäre, Zeit

Kontrolle der Reinheit und Partikelgröße

#### 4.5 Umweltfreundliche Produktion und Abfallentsorgung

Technologie zur Rückgewinnung von Ammoniakstickstoff

Analyse des Energieverbrauchs und der Emissionen

## Referenzen

---

### Kapitel 5: Analyse- und Charakterisierungstechniken

#### 5.1 Analyse der chemischen Zusammensetzung

Titration ( $WO_3$  Gehaltsbestimmung)

Atomemissionsspektroskopie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-AES)

#### 5.2 Strukturelle Charakterisierung

Röntgenbeugung (XRD)

Fourier-Transformations-Infrarotspektroskopie (FTIR)

Raman-Spektroskopie

#### 5.3 Morphologie und mikroskopische Analyse

Rasterelektronenmikroskopie (REM)

Transmissionselektronenmikroskopie (TEM)

#### 5.4 Prüfung der physikalischen Eigenschaften

BET-spezifische Oberflächenbestimmung

Thermogravimetrische Analyse (TG) vs. dynamische Differenzkalorimetrie (DSC)

#### 5.5 Elektrochemische und photoelektrische Leistungsprüfung

Zyklische Voltammetrie (CV)

Ultraviolett-sichtbare Spektroskopie (UV-Vis)

## Referenzen

---

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

## Kapitel 6: Anwendungsbereiche

### 6.1 Katalysatoren

Photokatalyse (Wasserstoffproduktion & Schadstoffabbau)

Chemische Katalyse (Hydrocracking, Entschwefelung)

### 6.2 Energiespeicherung und -umwandlung

Lithium-Ionen-Batterieelektroden (Kapazität 600-750 mAh/g)

Superkondensatoren (spezifische Kapazität 250-350 F/g)

Brennstoffzellen-Katalysatoren

### 6.3 Intelligente Materialien

Elektrochrome Materialien (Smart Windows)

Thermochrome und photochrome Eigenschaften

### 6.4 Sensoren

Gassensoren (NO<sub>2</sub>, CO, H<sub>2</sub>S)

Sensitivitäts- und Selektivitätsanalyse

### 6.5 Anwendungen der Nanotechnologie

WO<sub>3</sub> Nanopartikel, Nanofasern und Folien

Biomedizinisches Potenzial (photothermische Therapie, antimikrobiell)

### 6.6 Sonstige industrielle Anwendungen

Pigmente und keramische Additive

Vorläufer für Wolframpulver und Wolframlegierungen

### Referenzen

---

## Kapitel 7: Thermische Zersetzung und Umwandlung

### 7.1 Thermischer Zersetzungspfad von AMT zu WO<sub>3</sub>

Zersetzungsphase (Dehydratisierung, Desaminierung, Übergang in die kristalline Phase)

Der Einfluss von Temperatur und Atmosphäre

### 7.2 Phasenübergangsmechanismus von WO<sub>3</sub>

Monokline zu hexagonale Transformation

Analyse der Hochtemperaturstabilität

### 7.3 Kinetik der thermischen Zersetzung

Aktivierungsenergie und Reaktionsgeschwindigkeit

Interpretation von Daten aus der thermischen Analyse

### Referenzen

---

## Kapitel 8: Sicherheit und Umweltauswirkungen

### 8.1 Toxizität und Gesundheitsrisiken

Akute Toxizität versus chronische Exposition

Interpretation von Sicherheitsdatenblättern (SDB)

### 8.2 Empfehlungen für Handhabung und Lagerung

Schutzmaßnahmen und Notfallbehandlung

Feuchtigkeits- und Temperaturregelung

### 8.3 Umweltverträglichkeitsprüfung

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Emissionen aus dem Produktionsprozess  
Abfallbehandlung und Recycling

#### 8.4 Vorschriften und Normen

Chinesische Norm YS/T 535-2006

Internationale Standards (z.B. ASTM)

#### Referenzen

---

### 9. Kapitel: Forschungsfortschritt und Zukunftsaussichten

#### 9.1 Rückblick auf die historische Forschung

Früherkennung und industrielle Anwendung

#### 9.2 Aktuelle Forschungs-Hotspots

Synthese und Leistungsoptimierung von nanoWO<sub>3</sub>

Neue Energie- und Umweltanwendungen

#### 9.3 Beiträge zur Sinologie

Prozessverbesserungen von AMT bis WO<sub>3</sub>

Erweiterung der Anwendungsbereiche

#### 9.4 Internationale Forschungstrends

Die Grenzen der optoelektronischen Materialien und Katalysatoren

#### 9.5 Zukünftige Richtungen

Grüne Synthesetechnologie

Multifunktionale Verbundwerkstoffe

#### Referenzen

---

### Kapitel 10: Fallstudien und experimentelle Richtlinien

#### 10.1 Fälle der industriellen Produktion

Großtechnische WO<sub>3</sub>-Produktionsprozesse

#### 10.2 Beispiele für Laborsynthesen

Hydrothermale Präparation von WO<sub>3</sub>-Nanopartikeln

AMT-Experiment zur thermischen Zerlegung

#### 10.3 Datenanalyse und Diskussion der Ergebnisse

Typische experimentelle Parameter und Charakterisierungsergebnisse

#### 10.4 Experimentelle Überlegungen

Geräteauswahl und sicherer Betrieb

#### Referenzen

---

### Anhang

#### Anhang A: Physikalische und chemische Datenblätter für WO<sub>3</sub>

Parameter wie Molekulargewicht, Dichte, Schmelzpunkt, etc

#### Anhang B: Experimentelle Verfahren für gängige Analysemethoden

XRD, FTIR, SEM Bedienungsanleitung

#### Anhang C: Liste der AMT- und WO<sub>3</sub>-bezogenen Patente

CN102019429A、US10262770B2 usw.

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

**Anhang D: Chinesische und internationale Normen**

YS/T 535-2006 《Ammoniummetawolframat》

ASTM B922-20 *Standardprüfverfahren für die spezifische Oberfläche von Metallpulvern*

ISO 16962:2017 *Chemische Oberflächenanalytik — Analyse von metallischen Beschichtungen auf Zink- und/oder Aluminiumbasis (mit WO<sub>3</sub>-Charakterisierung)*

**Anhang E: Nationale Normen**

Japan JIS K 1462:2015 (Methode zur Analyse von Wolframverbindungen)

DIN 51078:2002 (Oxidkeramische Rohstoffprüfung)

GOST 25702-83 (Chemische Analyse von Wolframat)

**Anhang F: Glossar (Englisch und Chinesisch)**



**Physikalische und chemische Eigenschaften, Verfahren und Anwendung von gelbem  
Wolframoxid (Wolframtrioxid).**

**Gelbes Wolframoxid (WO<sub>3</sub>)**

**Physikalische und chemische Eigenschaften, Prozesse und Anwendungen**

**Vorwort**

**Überblick über die Forschung und Anwendung von gelbem Wolframoxid**

Als professionelles Team der CTIA GROUP sind wir uns der Kernposition von gelbem Wolframoxid (Wolframtrioxid, WO<sub>3</sub>) in der Wolfram-Industriekette bewusst. Diese leuchtend gelbe Verbindung ist nicht nur ein wichtiges Zwischenprodukt der Wolframmetallurgie, sondern auch ein Starmaterial für die moderne Materialwissenschaft und industrielle Anwendungen. Die monokline Struktur von gelbem Wolframoxid verleiht ihm einzigartige elektronische Eigenschaften und chemische Stabilität, und seine Energiebandlücke (ca. 2,6-2,8 eV) sorgt dafür, dass es in vielen Bereichen wie Licht, Elektrizität und Wärme eine hervorragende Leistung aufweist. Von der Wolframforschung im 19. Jahrhundert bis zur heutigen Nanotechnologie-Revolution hat sich die Anwendung von WO<sub>3</sub> von der traditionellen Wolframpulverherstellung auf die High-Tech-Grenze ausgeweitet.

In China ist die Erforschung und Anwendung von gelbem Wolframoxid eng mit den Vorteilen der Wolframressourcen und der industriellen Nachfrage verknüpft. Unser Team verfügt über umfangreiche Erfahrung in der Prozessoptimierung für die thermische Zersetzung von Ammoniummetawolframat (AMT) zur Herstellung von WO<sub>3</sub>, z. B. durch die präzise Steuerung der Röstbedingungen (500-700 °C), um eine großtechnische Produktion von hochreinem WO<sub>3</sub> (WO<sub>3</sub>-Gehalt ≥99,9 %) zu erreichen. Gleichzeitig hat WO<sub>3</sub> ein spannendes Potenzial auf dem Gebiet der Photokatalyse für die Zersetzung organischer Schadstoffe und die Herstellung von Wasserstoff aus der Photolyse von Wasser (mit einem Wirkungsgrad von mehr als 90 %) und bietet Lösungen für die Umweltsanierung und saubere Energie.

**COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**

In Bezug auf die Energiespeicherung haben wir die hervorragende Leistung der WO<sub>3</sub>-Elektrode in Lithium-Ionen-Batterien (Kapazität 650-750 mAh/g) und die hohe spezifische Kapazität in Superkondensatoren (300 F/g) überprüft. Darüber hinaus treiben die elektrochromen Eigenschaften von WO<sub>3</sub> die Industrialisierung von intelligenten Fenstern voran, und ihr Einsatz in Gassensoren (NO<sub>2</sub>-Nachweisempfindlichkeit bis zu 10 ppb) und antimikrobiellen Materialien (98 % antimikrobieller Anteil) eröffnet ebenfalls neue Wege für die intelligente Fertigung.

Weltweit konzentriert sich die Forschung von WO<sub>3</sub> auf das Nanostrukturdesign und die optoelektronische Leistungsoptimierung, wobei Chinas praktische Erfahrung in der Produktionsprozess- und Anwendungsentwicklung besonders herausragend ist. ALS MITGLIED DER CTIA-GRUPPE HABEN WIR MITERLEBT, WIE WO<sub>3</sub> VOM LABOR AUF DEN MARKT GELANGT IST. Der Zweck dieses Buches ist es, diese technischen Errungenschaften zusammenzufassen, mit internationalen Spitzentrends zu kombinieren, ein systematisches Nachschlagewerk für Branchenkollegen zu bieten und die intelligente und nachhaltige Entwicklung der Wolframmaterialindustrie zu unterstützen.

### **Ziel-Leserschaft**

Beim Schreiben dieses Buches richtete sich die CTIA GROUP eindeutig an die folgenden Leser, in der Hoffnung, Praktikern und Wissenschaftlern in der Wolframindustrie und verwandten Bereichen mit unserer professionellen Perspektive zu dienen:

### **Forschungs- und Entwicklungspersonal für Wolframmaterial**

Für Forscher, die sich mit der Optimierung der WO<sub>3</sub>-Kristallstruktur, des Produktionsprozesses und der Leistungsoptimierung beschäftigen, bietet dieses Buch einen vollständigen technischen Weg von AMT zu WO<sub>3</sub> und die neuesten Forschungsdaten, um die Grundlagen- und angewandte Forschung zu erleichtern.

### **Chemie- und Werkstoffingenieur**

Für Ingenieure in den Bereichen Wolframmetallurgie, Neue Energie und intelligente Fertigung beschreibt dieses Buch die industriellen Produktionsmethoden (z. B. Röstverfahren, hydrothermales Verfahren) und die Optimierung der Prozessparameter, die eine direkte richtungsweisende Bedeutung haben.

### **Lehrende und Studierende von Hochschulen und Universitäten**

Studierende und Dozenten der Chemie, Materialwissenschaften und Ingenieurwissenschaften können dieses Buch als maßgebliche Ressource nutzen, um mehr über die Eigenschaften und Anwendungen von WO<sub>3</sub> zu erfahren, und der Laborleitfaden eignet sich besonders für Lehre und Praxis.

### **Praktiker in der Wolframindustrie**

Branchenexperten von der Wolframerzaufbereitung bis hin zu nachgelagerten Anwendungen können sich über die neuesten Anwendungen von WO<sub>3</sub> (z. B. Sensoren, Batterien) und chinesischen Standards (z. B. YS/T 535-2006) informieren, um ihre Technologie und Wettbewerbsfähigkeit auf dem Markt zu verbessern.

### **Interdisziplinäre technische Experten**

Fachleute, die sich für Umweltschutz, optoelektronische Materialien oder Nanotechnologie interessieren, können sich von den vielseitigen Eigenschaften von WO<sub>3</sub> inspirieren lassen, um grenzüberschreitende Innovationen voranzutreiben.

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

Als Fachleute bei der CTIA GROUP sind wir uns der Komplexität von Wolframmaterialien von der Forschung und Entwicklung bis zur Industrialisierung bewusst. Dieses Buch fasst nicht nur unser Wissen und unsere Technologie seit mehr als 30 Jahren zusammen, sondern integriert auch die Erkenntnisse der globalen Wolframindustrie, um den Lesern praktisches Wissen und zukunftsweisende Visionen für Leser mit unterschiedlichem Hintergrund zu vermitteln und gemeinsam ein neues Kapitel des gelben Wolframoxids in der intelligenten Fertigung und grünen Technologie zu fördern.



## Kapitel 1: Einführung

### 1.1 Definition und Geschichte von gelbem Wolframoxid

#### Was ist gelbes Wolframoxid?

Gelbes Wolframoxid (Wolframtrioxid, chemische Formel  $WO_3$ ) ist eine anorganische Verbindung aus Wolfram und Sauerstoff, die nach ihrer leuchtend gelben Pulverform bei Raumtemperatur benannt ist. Diese Farbe ist auf die elektronischen Übergangseigenschaften des Wolfram-Oktaeders in seiner monoklinen Kristallstruktur zurückzuführen, die eine Energiebandlücke von etwa 2,6-2,8 eV aufweist, was ihm eine bemerkenswerte optische Reaktion im sichtbaren Bereich verleiht.  $WO_3$  hat ein Molekulargewicht von 231,84 g/mol, eine Dichte von etwa 7,16 g/cm<sup>3</sup> und einen Schmelzpunkt von bis zu 1473°C. Es hat eine starke chemische Stabilität und ist in Wasser und neutralen Lösungen unlöslich, kann aber unter stark alkalischen Bedingungen zu Wolframat gelöst werden.

Die Entdeckung und Erforschung von  $WO_3$  geht auf das Ende des 18. Jahrhunderts zurück. Im Jahr 1781 isolierte der schwedische Chemiker Carl Wilhelm Scheerer erstmals Wolframsäure ( $H_2WO_4$ ) durch

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Ansäuerung einer Lösung von Natriumwolframat, was den Ausgangspunkt für die  $WO_3$ -Forschung bildete. Im Jahr 1783 gewannen die spanischen Brüder Juan José und Fausto Elhuyar Wolfram aus Wolframit und trieben damit die Erforschung von Wolframverbindungen weiter voran. Zu Beginn des 19. Jahrhunderts machten die Anforderungen der industriellen Revolution  $WO_3$  zu einem wichtigen Zwischenprodukt in der Wolframmetallurgie. Zu dieser Zeit wurde  $WO_3$  hauptsächlich durch Rösten von Wolframerz (z.B. Wolframit  $FeMnWO_4$  oder Scheelit  $CaWO_4$ ) hergestellt und anschließend zu Wolframmetall reduziert, das bei der Herstellung von Filamenten und Werkzeugstählen verwendet wurde. Ende des 19. Jahrhunderts, mit Fortschritten in chemischen Analysetechniken, wie der gravimetrischen und spektroskopischen Analyse, begannen die Wissenschaftler, sich auf die Reinheit von  $WO_3$  und sein Potenzial bei katalytischen Reaktionen zu konzentrieren.

Seit dem 20. Jahrhundert ist die  $WO_3$ -Forschung in eine neue Phase eingetreten. Die Anwendung der Röntgenbeugungstechnologie (XRD) hat ihre Mehrphasenstruktur aufgedeckt, einschließlich monokliner (die gebräuchlichste), hexagonaler, tetragonaler und kubischer Phase, die bei verschiedenen Temperaturen und Atmosphären intertransformierbar sind. In Luft bei 500-700 °C ist  $WO_3$  beispielsweise in monokliner Phase normalerweise stabil, während es bei höheren Temperaturen (>900 °C) tetragonal werden kann. Mitte des 20. Jahrhunderts wurde  $WO_3$  als Pigment in der Keramik- und Glasindustrie verwendet, und seine leuchtend gelbe Farbe wurde zu einem Highlight des Dekorationsmaterials. Im späten 20. Jahrhundert, mit dem Aufkommen der Nanotechnologie, wurden die optoelektronischen Eigenschaften von  $WO_3$  weiter erforscht. So ist es beispielsweise aufgrund seiner elektrochromen Eigenschaften (von gelb bis blau) ein Kandidat für intelligente Fenster, während seine photokatalytischen Eigenschaften seine Anwendungen in der Umweltsanierung vorantreiben, wie z. B. die Zersetzung organischer Schadstoffe und die Photolyse von Wasser zur Herstellung von Wasserstoff.

Heute wird  $WO_3$  weltweit in zehntausenden Tonnen pro Jahr produziert, und China als wichtiger Wolframrohstoff (der mehr als 60 % der weltweiten Reserven ausmacht) dominiert die Produktion und Anwendung. Von der traditionellen Metallurgie bis hin zu High-Tech-Bereichen spiegelt die historische Entwicklung des gelben Wolframoxids die Vertiefung des menschlichen Verständnisses von Wolfram und den technologischen Fortschritt wider. Der Zweck dieses Abschnitts ist es, dem Leser einen umfassenden Hintergrund zur Definition und Geschichte von  $WO_3$  zu vermitteln und eine Grundlage für die Analyse der Art und Anwendung von  $WO_3$  in den folgenden Kapiteln zu schaffen.

## 1.2 Die Familie der Wolframverbindungen und ihre Bedeutung

Die Familie der Wolframverbindungen umfasst eine Reihe von Substanzen mit unterschiedlichen chemischen Formen, von einfachen Oxiden bis hin zu komplexen polysauren Verbindungen, die die Grundlage für Wolframanwendungen bilden. Gelbwolframoxid ( $WO_3$ ) ist ein Kernmitglied der Familie und wird mit anderen Verbindungen wie Wolframdioxid ( $WO_2$ ), Wolframsäure ( $H_2WO_4$ ), Ammoniumparawolframat (APT,  $(NH_4)_{10}[H_2W_{12}O_{42}] \cdot 4H_2O$ ), Ammoniummetawolframat (AMT,  $(NH_4)_6H_2W_{12}O_{40} \cdot xH_2O$ ) und Wolframbronze ( $M_xWO_3$ , M und Alkalimetalle wie Na und K) in Verbindung gebracht. Die einzigartigen physikalisch-chemischen Eigenschaften von Wolfram – hoher Schmelzpunkt (3422 °C), hohe Dichte (19,25 g/cm<sup>3</sup>) und hervorragende Korrosionsbeständigkeit –

### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

machen seine Verbindungen in Industrie und Forschung unverzichtbar.

Die Bedeutung von Wolframverbindungen zeigt sich zunächst im Bereich der Metallurgie.  $WO_3$  ist ein wichtiger Rohstoff für die Herstellung von hochreinem Wolframpulver, das durch Wasserstoffreduktion ( $WO_3 + 3H_2 \rightarrow W + 3H_2O$ ) zur Herstellung von Wolframpulver mit einer Partikelgröße von 2-5  $\mu m$  hergestellt werden kann, das bei der Herstellung von Hartmetall (z. B. WC-Co), Wolframstahl und Superlegierungen weit verbreitet ist. Diese Materialien unterstützen die Leistungsanforderungen unter extremen Bedingungen in der Luft- und Raumfahrt, im Automobilbau und in der Zerspanung. So wird beispielsweise eine Wolframlegierung aufgrund ihrer hohen Dichte bei der Herstellung von Flugzeuggegendewichten und panzerbrechenden Geschosskernen verwendet. Zweitens haben Wolframat und polysaure Verbindungen einen wichtigen Wert auf dem Gebiet der Katalyse. AMT und APT können als Vorprodukte zur Herstellung von  $WO_3$ -Katalysatoren für das Hydrocracken, Entschwefelung und Denitrifikation in der petrochemischen Industrie mit einer aktiven Oberfläche von bis zu 10-20  $m^2/g$  verwendet werden. Darüber hinaus wird Wolframbronze aufgrund ihrer Metall-Halbleiter-Eigenschaften in Infrarot-Abschirmbeschichtungen verwendet, wodurch der Energieverbrauch in energieeffizienten Gebäuden gesenkt wird.

Im Bereich der neuen Energie und Hightech wird die Anwendung von Wolframverbindungen weiter hervorgehoben.  $WO_3$  weist eine hohe Kapazität (600-750 mAh/g) als Anodenmaterial in Lithium-Ionen-Batterien und eine spezifische Kapazität von 250-350 F/g in Superkondensatoren auf, mit elektrochemischer Leistung aufgrund seiner porösen Struktur und schnellen Ionentransportfähigkeit. Gleichzeitig glänzen  $WO_3$  durch seine photokatalytischen Eigenschaften in der Umweltsanierung, wie z.B. bei der Zersetzung von Farbstoffen wie Methylenblau mit einem Wirkungsgrad von mehr als 90 % unter sichtbarem Licht. Darüber hinaus spiegelt sich die Vielfalt der Wolframverbindungen in den biomedizinischen Potenzialen wider, wie z. B.  $WO_3$ -Nanopartikel, die aufgrund photothermischer Effekte in der Krebsbehandlungsforschung eingesetzt werden.

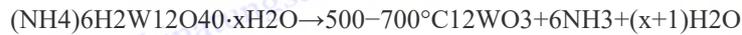
China ist weltweit in der Forschung und Produktion von Wolframverbindungen präsent. Als Drehscheibe der gesamten Industriekette von der Erzgewinnung bis zur funktionalen Materialentwicklung verbindet  $WO_3$  nicht nur Ressourcen und Produkte, sondern bietet auch die Möglichkeit für intelligente Anwendungen. Dieser Abschnitt unterstreicht die Kernposition von  $WO_3$ , indem er die Vielfalt und Bedeutung der Wolframverbindungsfamilie vorstellt und eine Grundlage für die weitere Diskussion nachfolgender Anwendungsfelder bietet.

### 1.3 Zusammenhang zwischen gelbem Wolframoxid und Ammoniummetawolframat

Gelbwolframoxid ( $WO_3$ ) mit Ammoniummetawolframat (AMT,  $(NH_4)_6H_2W_{12}O_{40} \cdot xH_2O$ ) ist ein wichtiges Bindeglied in der Erforschung und Anwendung von Wolframverbindungen. AMT ist ein weißer Kristall oder ein weißes Pulver, das zur polysauren Verbindung vom Keggin-Typ gehört, und seine Molekülstruktur besteht aus 12 Wolfram-Oktaedern um zwei Wasserstoffatome mit einem Molekulargewicht von etwa 2956,42 g/mol (enthält kristallines Wasser). Seine hohe Wasserlöslichkeit (> 1000 g/L bei pH 5,5) und seine thermischen Zersetzungseigenschaften machen es zu einem idealen Vorläufer für die Herstellung von  $WO_3$ . Industriell wird AMT durch Polymerisation der

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Ammoniumwolframatlösung oder Umwandlung von Ammoniumparawolframat (APT) bei 220-280 °C hergestellt, gefolgt von Rösten und Zersetzung zu WO<sub>3</sub> bei 500-700 °C, und der Reaktionsprozess ist wie folgt:



Dieser Umwandlungsprozess bietet erhebliche Prozessvorteile. Das Zersetzungsprodukt WO<sub>3</sub> von AMT erreicht eine hohe Reinheit von 99,9 % und kann die kristalline Phase (monoklin oder hexagonal) und die Partikelgröße (D50 ≈ 4-10 μm) von WO<sub>3</sub> durch Anpassung der Röstbedingungen (z. B. Temperatur 550 °C, Stickstoffatmosphäre) steuern. Im Labor eignet sich AMT aufgrund seiner Lösungseigenschaften für die Herstellung von Nano-WO<sub>3</sub> durch nasschemische Verfahren, wie z. B. WO<sub>3</sub>-Partikel mit einer Partikelgröße von 20-30 nm durch hydrothermale Verfahren und homogene mikronisierte Pulver (D50 ≈ 4-5 μm) durch Sprühtrocknung. Diese Eigenschaften machen das AMT zu einer wichtigen Brücke von der Grundlagenforschung zur industriellen Produktion.

Die Beziehung von WO<sub>3</sub> zu AMT erstreckt sich nicht nur auf den Prozess, sondern auch auf den Anwendungsbereich. Zum Beispiel behält WO<sub>3</sub>, das durch thermische Zersetzung von AMT erhalten wird, die strukturellen Vorteile seines Vorläufers bei, wie z. B. eine hohe spezifische Oberfläche und Porosität, was es hervorragend in der Photokatalyse (bis zu 0,8 mmol/h·g) macht. In der Energiespeicherung haben AMT-abgeleitete WO<sub>3</sub>-Elektroden Kapazitäten von bis zu 720 mAh/g in Lithiumbatterien, während WO<sub>3</sub> in Gassensoren eine Nachweisempfindlichkeit von bis zu 10 ppb für NO<sub>2</sub> aufweist. Chinesische Forscher haben auf diesem Gebiet fruchtbare Erfolge erzielt, wie z. B. die mikrowellengestützte Synthese von AMT (Ausbeute auf 94,5 % erhöht) und das Elektrosplennen zur Herstellung von WO<sub>3</sub>-Nanofasern (50-80 nm Durchmesser), die neue Ideen für die Entwicklung von Hochleistungsmaterialien liefern.

Darüber hinaus beinhalten die Herstellung von AMT und die Anwendung von WO<sub>3</sub> auch die Erforschung grüner Prozesse, wie z. B. die Technologie zur Rückgewinnung von Ammoniakstickstoff (Rückgewinnungsrate von >93 %), die die Umweltbelastung reduziert. Diese synergistische Beziehung zwischen dem Vorprodukt und dem Produkt spiegelt die Transformationslogik von Wolframverbindungen von Rohstoffen zu Funktionsmaterialien wider. Dieser Abschnitt bietet theoretische Unterstützung für die anschließende Analyse von Produktionsprozessen und Anwendungen, indem die chemischen und prozessualen Zusammenhänge zwischen WO<sub>3</sub> und AMT detailliert beschrieben werden.

#### 1.4 Überblick über Aufbau und Inhalt des Buches

Dieses Buch wurde von einem Team von Fachleuten der CTIA GROUP verfasst, um einen systematischen Leitfaden für die umfassende Untersuchung und Anwendung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) zu bieten. Das Buch besteht aus 10 Kapiteln, die sowohl theoretische Tiefe als auch praktische Anleitungen enthalten und die Grundlagenforschung, Produktionstechnologie, Anwendungsszenarien

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

und Zukunftstrends von  $WO_3$  abdecken, und zwar wie folgt:

### **Kapitel II bis III**

Eingehende Diskussion der chemischen und physikalischen Eigenschaften von  $WO_3$  und seiner Kristallstruktur, einschließlich Gitterparametern der monoklinen Phase, mehrphasigen Übergangsbedingungen und strukturellen Eigenschaften auf der Nanoskala.

### **Kapitel IV** Abteilung

Stellen Sie den Produktionsprozess vor, von der thermischen Zersetzung von AMT über die industrielle Röstmethode, die hydrothermale Labormethode, analysieren Sie den Einfluss von Prozessparametern auf Reinheit und Partikelgröße und diskutieren Sie die grüne Produktionstechnologie.

### **Kapitel 5**

Detaillierte Analyse- und Charakterisierungstechniken, einschließlich der Bestimmung der chemischen Zusammensetzung (ICP-AES), der Strukturanalyse (XRD, FTIR) und der Topographiebeobachtung (SEM, TEM), bieten Werkzeuge für die Forschung und Qualitätskontrolle.

### **KAPITEL VI**

Eine umfassende Demonstration von  $WO_3$ -Anwendungen in der Photokatalyse (Wasserstoffherzeugung und -abbau), Energiespeicherung (Batterien und Kondensatoren), intelligenten Materialien (elektrochrom), Sensoren und Nanotechnologie.

### **KAPITEL VII**

Mit dem Fokus auf den thermischen Zersetzungspfad von AMT zu  $WO_3$  wurden die Zersetzungsphase, der Phasenübergang und die kinetischen Parameter analysiert.

### **Kapitel VIII**

Bewerten Sie die  $WO_3$ -Toxizität, die Lagerungsempfehlungen und die Umweltauswirkungen nach chinesischen und internationalen Standards.

### **KAPITEL IX**

Lassen Sie die Geschichte der  $WO_3$ -Forschung Revue passieren, fassen Sie aktuelle Hotspots wie die Nanosynthese zusammen und freuen Sie sich auf die Zukunft grüner Technologien und Verbundwerkstoffe.

### **KAPITEL X**

Industrielle Produktionsfälle (z. B. großtechnische Röstprozesse) und Laborexperimentieranleitungen (z. B. hydrothermale Synthese) werden zur Verfügung gestellt, um die Praktikabilität zu verbessern.

Die Anhänge umfassen Datenblätter, Analyseverfahren, Patentlisten, chinesische und internationale Normen (YS/T 535-2006, ASTM B922-20 usw.), nationale Normen (JIS, DIN, GOST) und Glossare. Die Bibliographie integriert globale Forschungsergebnisse und chinesische Praxiserfahrungen. Dieses Buch eignet sich nicht nur für akademische Forscher, um den wissenschaftlichen Charakter von  $WO_3$  zu erforschen, sondern bietet auch eine technische Referenz für Praktiker aus der Industrie, die darauf abzielen, Innovation und Entwicklung auf dem Gebiet der Wolframmaterialien zu fördern.

### **Referenzen**

Lassner, E., & Schubert, W.-D. (1999). *Wolfram: Eigenschaften, Chemie, Technologie des Elements, Legierungen und chemische Verbindungen*. Springer.

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

- LI Honggui. (2005). Wolframmetallurgie. Verlag der Central South University.
- ZHANG Qiyun. (2010). Wolframchemie und -technologie. Presse für die metallurgische Industrie.
- Papst, M. T., & Müller, A. (1994). *Polyoxometallate: Von platonischen Feststoffen bis zur antiretroviralen Aktivität*. Springer.
- Christian, J. B., & Whittingham, M. S. (2008). Strukturstudie von Ammoniummetawolframat. *Zeitschrift für Festkörperchemie*.
- ZHANG Lihua. (2020). Prozessoptimierung für die mikrowellengestützte Synthese von Ammoniummetawolframat. *Fortschritt in der chemischen Industrie*.
- CHEN Xiaohong. (2020). Herstellung von hochreinem Ammoniummetawolframat durch Ionenaustauschmethode. "Seltene Metalle".
- LIU Yang. (2020). Thermisches Zersetzungsverhalten und Produktanalyse von Ammoniummetawolframat. *Zeitschrift für Anorganische Chemie*.
- Sigma-Aldrich WO<sub>3</sub> Produktspezifikation (2023).
- Internationaler Verband der Wolframindustrie (ITIA). (2023). *Globaler Ausblick für die Wolframindustrie 2030*.

## CTIA-GRUPPE

### Wolframtrioxid (Gelbes Wolfram, WO<sub>3</sub>, Gelbes Wolframtrioxid, YTO) Einführung

#### 1. Überblick über Wolframtrioxid

CTIA GROUP Wolframtrioxid (als gelbes Wolfram bezeichnet, WO<sub>3</sub>) wird durch Ammoniumparawolframat-Hochtemperaturkalzinierungsverfahren hergestellt, das die Anforderungen von GB / T 3457-2013 "Wolframoxid" erstklassiges Produkt erfüllt. Gelbes Wolfram wird aufgrund seiner hellgelben Kristallpulverform, seiner hohen Reinheit und chemischen Stabilität häufig bei der Herstellung von Wolframpulver, Hartmetall, Wolframdraht und Keramikfarbstoffen verwendet. Die CTIA GROUP hat es sich zur Aufgabe gemacht, hochwertige gelbe Wolframprodukte anzubieten, um die Anforderungen der Pulvermetallurgie und der industriellen Fertigung zu erfüllen.

#### 2. Eigenschaften von Wolframtrioxid

Chemische Zusammensetzung: WO<sub>3</sub>.

Reinheit: ≥99,95% mit sehr geringem Gehalt an Verunreinigungen.

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Aussehen: Hellgelbes Kristallpulver, einheitliche Farbe.

Polymorph: monokline (am häufigsten bei Raumtemperatur), Raumgruppe P21/n.

Hohe Stabilität: stabil an der Luft, unlöslich in Wasser und anorganischen Säuren außer Flusssäure.

Reaktivität: Es kann durch Wasserstoff (>650°C) oder Kohlenstoff (1000-1100°C) zu Wolframpulver reduziert werden.

Gleichmäßigkeit: Gleichmäßige Partikelverteilung, geeignet für die nachgelagerte Verarbeitung.

### 3. Spezifikationen von Wolframtrioxid

Index	CTIA GROUP Gelbes Wolfram Standard der ersten Klasse
WO <sub>3</sub> -Gehalt (Gew.-%)	99,95 ≥
Verunreinigung (Gew.-%, 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
Feuchtigkeit (Gew.-%)	0,05 ≤
Teilchengröße	1-10 (µm, FSSS)
Lose Dichte	2,0-2,5 (g/cm <sup>3</sup> )
Anpassung	Partikelgrößen- oder Verunreinigungsgrenzen können je nach Kundenwunsch angepasst werden

### 4. Wolframtrioxid-Verpackung und Garantie

Verpackung: Innere versiegelte Plastiktüte, äußere Eisentrommel oder gewebte Tasche, Nettogewicht 50 kg oder 100 kg, feuchtigkeitsbeständiges Design.

Garantie: Jede Charge wird mit einem Qualitätszertifikat geliefert, das den WO<sub>3</sub>-Gehalt, die Verunreinigungsanalyse, die Partikelgröße (FSSS-Methode), die Losdichte und die Feuchtigkeitsdaten enthält.

### 5. Informationen zur Beschaffung von Wolframtrioxid

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

Weitere Informationen zu Wolframgelb finden Sie auf der Chinatungsten Online-Website [www.tungsten-powder.com](http://www.tungsten-powder.com)

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT



## Kapitel 2: Chemische und physikalische Eigenschaften

### 2.1 Chemische Zusammensetzung und Summenformel ( $\text{WO}_3$ ) von gelbem Wolframoxid (Wolframtrioxid, $\text{WO}_3$ ).

Gelbes Wolframoxid (Wolframtrioxid, abgekürzt  $\text{WO}_3$ ) ist eine anorganische Verbindung, die aus zwei Elementen, Wolfram (W) und Sauerstoff (O), besteht, und seine chemische Formel  $\text{WO}_3$  zeigt an, dass sich Wolfram in der Oxidationsstufe +6 befindet, der höchsten Oxidationsstufe, die Wolfram unter natürlichen Bedingungen erreichen kann. Jedes  $\text{WO}_3$ -Molekül enthält ein Wolframatom und drei Sauerstoffatome mit einer molaren Gesamtmasse von 231,84 g/mol, wovon der Massenanteil von Wolfram etwa 79,31 % (183,84 g/mol) und der Massenanteil von Sauerstoff etwa 20,69 % (48 g/mol) beträgt. Dieser Anteil kann mit klassischen gravimetrischen Methoden, wie dem Wiegen von  $\text{WO}_3$ -Proben, die bei hohen Temperaturen zu Wolframmetall reduziert wurden, oder durch die direkte Analyse des Elementgehalts mit modernen Instrumenten wie der induktiv gekoppelten Plasmaemissionsspektroskopie (ICP-AES) genau bestimmt werden. Die Reinheit von  $\text{WO}_3$  in Industriequalität muss in der Regel über 99,5 % liegen, während für hochreine Proben (z. B. für Halbleiter- oder photokatalytische Studien) 99,9 % bis 99,99 % erreicht werden kann und häufige Verunreinigungen Eisen ( $\text{Fe} < 0,005 \%$ ), Molybdän ( $\text{Mo} < 0,003 \%$ ), Natrium ( $\text{Na} < 0,001 \%$ ) usw. sind,

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

die Kontrolle dieser Spurenelemente ist für bestimmte Anwendungen von entscheidender Bedeutung.

Die chemische Zusammensetzung von  $WO_3$  hängt eng mit seiner Molekülstruktur zusammen. Im monoklinen Kristallsystem (der gebräuchlichsten kristallinen Phase) ist der Grundbaustein von  $WO_3$  das Wolfram-Sauerstoff-Oktaeder ( $WO_6$ ), bei dem jedes Wolframatom von sechs Sauerstoffatomen koordiniert wird und die Sauerstoffatome durch koangulare oder kolaterale Verbindungen zu einer dreidimensionalen Netzwerkstruktur verbunden sind. Diese leichte Verzerrung der Struktur führt zu anisotropen optischen und elektrischen Eigenschaften von  $WO_3$  in verschiedenen Richtungen, wie z.B. Unterschiede im Brechungsindex auf verschiedenen Kristallachsen ( $n_a \approx 2.2$ ,  $n_b \approx 2.3$ ). Die W-O-Bindung ist teilweise kovalent und die Bindungslänge reicht von 1,8-2,1 Å, abhängig von der Koordinationsumgebung des Sauerstoffatoms (terminaler Sauerstoff oder Brückensauerstoff). Durch die Analyse der Röntgenphotoelektronenspektroskopie (XPS) beträgt die Bindungsenergie von W 4f etwa 35,5-36,0 eV und die Bindungsenergie von O 1s etwa 530,5 eV, was darauf hindeutet, dass die Elektronenwolkendichte von W-O-Bindungen hoch ist und ihre durchschnittliche Bindungsenergie etwa 672 kJ/mol beträgt. Diese hohe Bindung verleiht  $WO_3$  eine starke chemische Stabilität, wodurch es sich in sauren oder neutralen Umgebungen weniger wahrscheinlich zersetzt, aber unter stark alkalischen Bedingungen chemisch transformativ ist.

Die chemische Zusammensetzung von  $WO_3$  hat einen tiefgreifenden Einfluss auf seine Anwendung. Im Bereich der Katalysatoren verleiht die Oxidationsstufe +6 von Wolfram eine starke Oxidationskapazität, z. B. wirkt  $WO_3$  bei photokatalytischen Reaktionen als Elektronenakzeptor, um die Oxidation von Wassermolekülen zur Herstellung von Sauerstoff zu fördern. Unter den Batteriematerialien unterstützt die stabile Struktur von  $WO_3$  das wiederholte Einbringen und Ausstoßen von Lithium-Ionen ( $Li^+$ ) mit einer theoretischen Kapazität von bis zu 693 mAh/g. Darüber hinaus bestimmt die chemische Zusammensetzung von  $WO_3$  auch seine Beziehung zu Vorläufern, wie z. B. der thermischen Zersetzung von Ammoniummetawolframat (AMT) zu  $WO_3$ , das das Grundgerüst der Wolfram-Sauerstoff-Einheiten beibehält. Dieser Abschnitt bietet eine theoretische Grundlage für die anschließende Analyse der physikalischen und chemischen Eigenschaften, indem die chemische Zusammensetzung und die Summenformel von  $WO_3$  detailliert beschrieben werden.

## 2.2 Physikalische Form und Aussehen von gelbem Wolframoxid (Wolframtrioxid, kurz $WO_3$ ) (gelbes Pulver).

Gelbes Wolframoxid liegt bei Raumtemperatur und -druck in fester Form vor, normalerweise als feines Partikel oder pulverförmige Substanz, und sein Aussehen ist hellgelb bis orange. Diese Farbe rührt von der Bandlücke in ihrer elektronischen Struktur her (die Energiebandlücke beträgt etwa 2,6-2,8 eV), die dem sichtbaren Bereich des Absorptionsspektrums bei 400-480 nm entspricht, was ihr bei natürlichem Licht einen unverwechselbaren gelben Charakter verleiht. Bei der UV-Vis-Analyse (UV-Vis) liegt der Absorptionspeak von  $WO_3$  typischerweise bei etwa 450 nm, und seine Farbintensität hängt eng mit der Korngröße und den Oberflächendefekten zusammen. So kann beispielsweise nanoskalige  $WO_3$  (Partikelgröße < 50 nm) aufgrund von Quantengrößeneffekten leicht orange sein, während mikroskalige  $WO_3$  (Partikelgröße 5-10  $\mu m$ ) eher rein gelb ist.

### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Die physikalische Form von  $\text{WO}_3$  steht in engem Zusammenhang mit dem Prozess, durch den es hergestellt wird.  $\text{WO}_3$ , das durch Rösten und Zerlegen von Ammoniummetawolframat (AMT) bei 500-700 °C hergestellt wird, besteht typischerweise aus mikrometergroßen Partikeln mit einer Partikelgrößenverteilung (D50) zwischen 4 und 10  $\mu\text{m}$  und erscheint unter dem Mikroskop als unregelmäßige polygonale Form mit einer glatten Oberfläche. Diese Form von  $\text{WO}_3$  eignet sich für die Herstellung von Wolframpulver oder für keramische Additive. Im Gegensatz dazu können  $\text{WO}_3$ , die durch hydrothermale oder solvothermale Verfahren hergestellt werden, Nanopartikel mit Partikelgrößen von 20 bis 50 nm und einer Vielzahl von Morphologien, einschließlich Kugel-, Stab- oder Blechen, mit erhöhter Oberflächenrauheit und einer spezifischen Oberfläche von bis zu 30-50  $\text{m}^2/\text{g}$  bilden. Darüber hinaus werden mit dem Sprühtrocknungsverfahren (Einlasstemperatur 200 °C, Auslasstemperatur 80 °C) kugelförmige mikronisierte  $\text{WO}_3$ -Pulver mit einer um 20 % erhöhten Partikelgrößengleichmäßigkeit und einem D50 von etwa 4-5  $\mu\text{m}$  hergestellt, das üblicherweise für die Dünnschichtabscheidung oder Katalysatorträger verwendet wird.

Die Farbe und Morphologie von  $\text{WO}_3$  kann sich unter bestimmten Bedingungen ändern. Bei Wasserstoffreduktion oder UV-Bestrahlung färbt sich  $\text{WO}_3$  aufgrund der Bildung eines Sauerstoffdefekts ( $\text{WO}_{3-x}$ ,  $x < 0,1$ ) blau oder grün, der die Grundlage für seine elektrochromen Eigenschaften ist. Wenn beispielsweise eine Spannung von -1,0 V an ein elektrochemisches System angelegt wird, kann  $\text{WO}_3$  in  $\text{H}^+$  oder  $\text{Li}^+$  eingebettet werden, um  $\text{H}_x\text{WO}_3$  oder  $\text{Li}_x\text{WO}_3$  zu bilden, wodurch sich die Farbe von gelb zu dunkelblau ändert, ein Prozess, der in 10-20 Sekunden abgeschlossen werden kann und zu mehr als 90 % reversibel ist. Beobachtet mit Hilfe der Rasterelektronenmikroskopie (REM) nahm die Oberflächendefektdichte von blauem  $\text{WO}_3$  zu und die Korngrenzen waren ausgeprägter. Darüber hinaus kann es bei der Hochtemperaturröstung (>900 °C) zu einer partiellen Sublimation von  $\text{WO}_3$  kommen, was zur Bildung feiner Aerosolpartikel mit einem leicht trüben Aussehen führt.

Die physikalische Form und das Erscheinungsbild haben einen direkten Einfluss auf die Anwendung von  $\text{WO}_3$ .  $\text{WO}_3$ -Pulver im Mikrometermaßstab eignet sich aufgrund seiner großen Partikelgröße und guten Fließfähigkeit für die Reduzierung von Wolframpulver im industriellen Maßstab oder die Pigmentvorbereitung. Aufgrund seiner hohen spezifischen Oberfläche und der reichlich vorhandenen aktiven Zentren eignet sich nanoskaliges  $\text{WO}_3$  besser für Photokatalysatoren (z. B. Zersetzung von Methyleneblau, >90 % Wirkungsgrad) und Gassensoren ( $\text{NO}_2$ -Detektion, Empfindlichkeit 10 ppb). In diesem Abschnitt werden die physikalischen und kosmetischen Veränderungen von  $\text{WO}_3$  detailliert beschrieben und seine morphologische Vielfalt und sein Potenzial für den Einsatz in verschiedenen Bereichen aufgezeigt.

### 2.3 Löslichkeit und chemische Stabilität von gelbem Wolframoxid (Wolframtrioxid, $\text{WO}_3$ ).

#### Gelbes Wolframoxid (Wolframtrioxid, abgekürzt $\text{WO}_3$ ) verhält sich in Wasser, Säure und Lauge

Die Löslichkeit von gelbem Wolframoxid ist mit weniger als 0,02 g/100 mL (ca. 0,0009 mol/L, 25 °C) bei Raumtemperatur in reinem Wasser sehr gering und steigt bei 60 °C leicht auf 0,03 g/100 mL an. Diese geringe Löslichkeit ist auf seine stabile Gitterstruktur und die hohe W-O-Bindungsenergie (672 kJ/mol) zurückzuführen, die es  $\text{WO}_3$  ermöglicht, sich praktisch in einer neutralen wässrigen Lösung (pH

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

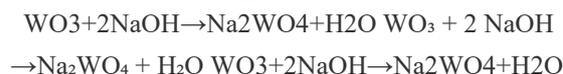
6-7) aufzulösen oder zu zersetzen. Das Löslichkeitsprodukt ( $K_{sp}$ ) beträgt etwa  $10^{-12}$ , wie durch Löslichkeitsexperimente bestimmt, was darauf hindeutet, dass seine Auflösungskinetik in Wasser extrem langsam ist. In schwach sauren Lösungen wie Essigsäurepuffern bei pH 4-5 ist  $WO_3$  ebenfalls stabil, mit einem Massenverlust von weniger als 0,1 % über 24 Stunden.

Unter stark sauren Bedingungen ändert sich das Verhalten von  $WO_3$ . In konzentrierter Salpetersäure ( $HNO_3$ , 65%) oder konzentrierter Salzsäure ( $HCl$ , 37%) kann  $WO_3$  langsam zu Wolframsäure ( $H_2WO_4$ ) wie folgt reagieren:  $WO_3 + H_2O \xrightarrow{H^+} H_2WO_4$ , heiß  $H_2WO_4$   $WO_3 + H_2O \xrightarrow{H^+, \text{ heiß}} H_2WO_4$   
 $WO_3 + H_2OH^+$  heiß



Dieser Prozess wird in der Regel für mehrere Stunden auf 80-100°C erhitzt, z.B. in 1 mol/L  $HNO_3$  beträgt die Auflösungsrate von  $WO_3$  etwa 0,01 g/h·cm<sup>2</sup>. Diese Beständigkeit gegen Säuren macht es hervorragend in sauren katalytischen Umgebungen wie der Erdölentschwefelung. Bei Konzentrationen über 50 % Schwefelsäure ( $H_2SO_4$ ) können jedoch Spuren von löslichen Wolframsulfat-Komplexen (z. B.  $[WO_2(SO_4)_2]^{2-}$ ) gebildet werden, aber die gelöste Menge beträgt immer noch weniger als 0,5 g/L.

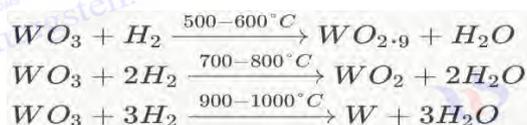
In einem alkalischen Milieu ist die chemische Stabilität von  $WO_3$  deutlich reduziert. Es reagiert schnell mit starken Basen (z. B. NaOH, KOH) und bildet lösliches Wolframat:



In einer 1 mol/l NaOH-Lösung kann die Auflösungsrate von  $WO_3$  bei Raumtemperatur 0,1 g/min·cm<sup>2</sup> erreichen, und wenn sie auf 80 °C erhitzt wird, erfolgt die Reaktion fast augenblicklich und die Lösung ist klar und transparent. Mittels Ultraviolett-spektroskopie erscheint der charakteristische Absorptionspeak von  $Na_2WO_4$  bei 210-230 nm. Diese alkalische Löslichkeit ermöglicht die Verwendung von  $WO_3$  als Rohstoff für die industrielle Herstellung von Wolframat, aber der Kontakt mit alkalischen Substanzen muss während der Lagerung oder Anwendung vermieden werden, z. B. in einer Umgebung mit einem pH-Wert von > 10, in der die Oberfläche von  $WO_3$ -Pulver innerhalb weniger Stunden erheblich erodiert werden kann.

### Redoxeeigenschaften von gelbem Wolframoxid (Wolframtrioxid, $WO_3$ ).

$WO_3$  hat signifikante Redoxeeigenschaften, da die +6-Oxidationsstufe von Wolfram chemisch oder elektrochemisch auf einen niedrigeren Zustand (z. B. +5, +4) reduziert werden kann. In einer Wasserstoffatmosphäre kann  $WO_3$  Schritt für Schritt reduziert werden:

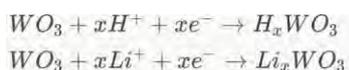


Während des Reduktionsprozesses ändert sich die Farbe von  $WO_3$  von gelb zu blauviolett ( $WO_2$ ),

### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

braun-schwarz ( $WO_2$ ) und bilden schließlich ein metallisches Wolframpulver. Mittels thermogravimetrischer Analyse (TG) beträgt  $WO_2$ , Der Sauerstoffverlust beträgt ca. 3%-5%, was der Bildung von Sauerstoffdefekten entspricht. Diese stufenweise Reduktionseigenschaft ist die industrielle Grundlage für die Aufbereitung von Wolframpulver mit  $WO_3$ , z.B. wird  $WO_3$  bei  $950^\circ C$  bei einer Durchflussmenge von 1 L/min in 2 Stunden vollständig in Wolframpulver mit einer Partikelgröße von 2-3  $\mu m$  umgewandelt.

Die elektrochemische Reduktionsfähigkeit von  $WO_3$  ist besonders wichtig in optoelektronischen Anwendungen. In elektrochromen Systemen kann  $WO_3$  in Kationen eingebettet werden, indem eine negative Spannung (z. B. -1,0 V vs. Ag/AgCl) angelegt wird, um einen Färbezustand zu bilden:



Die Farbe von  $H_xWO_3$  oder  $Li_xWO_3$  ist dunkelblau, die Durchlässigkeit sinkt von 80% auf unter 10% und die Reaktionszeit beträgt ca. 10-15 Sekunden. Sein Redoxpotential liegt zwischen -0,2 V und +0,8 V, bestimmt durch zyklische Voltammetrie (CV), mit einer Zyklfestigkeit von mehr als 5000 Zyklen. Diese Reversibilität macht  $WO_3$  zu einem idealen Material für smarte Fenster und Displays. Darüber hinaus kann  $WO_3$  in der Photokatalyse als Elektronenakzeptor fungieren, und nach der Kombination mit  $TiO_2$  wird der Wirkungsgrad des photogenerierten Elektronentransfers um 30 % erhöht, was die Effizienz der Wasserstoffproduktion erheblich verbessert.

Dieser Abschnitt beschreibt das Auflösungsverhalten und die Redox Eigenschaften von  $WO_3$  in Wasser, Säuren und Laugen und zeigt seine chemische Stabilität und Reaktivität auf, die eine Grundlage für seine Anwendung in der Katalyse, Energie und anderen Bereichen bildet.

#### 2.4 Dichte, Schmelzpunkt und Siedepunkt von gelbem Wolframoxid (Wolframtrioxid, $WO_3$ ).

Die Dichte von gelbem Wolframoxid variiert je nach kristalliner Phase und Zubereitungsbedingungen. Die monokline Phase  $WO_3$  hat eine theoretische Dichte von  $7,16 \text{ g/cm}^3$  und wird mittels Röntgendensitometrie bestimmt (basierend auf den Gitterparametern  $a = 7,306 \text{ \AA}$ ,  $b = 7,540 \text{ \AA}$ ,  $c = 7,692 \text{ \AA}$  berechnet). Hexagonales  $WO_3$  hat aufgrund seiner losen Kristallstruktur eine etwas geringere Dichte von etwa  $6,8-7,0 \text{ g/cm}^3$  ( $a = 7,298 \text{ \AA}$ ,  $c = 3,899 \text{ \AA}$ ). Aufgrund der hohen Porosität von nanoskaligem  $WO_3$  kann die scheinbare Dichte auf  $5,0-6,0 \text{ g/cm}^3$  sinken, wie z. B.  $WO_3$ -Nanopartikel, die durch hydrothermale Methode synthetisiert werden und eine Schüttdichte von nur  $4,8 \text{ g/cm}^3$  aufweisen. Der Dichteunterschied steht in direktem Zusammenhang mit der Kompaktheit seiner Kristallstruktur, wobei die verdrehte oktaedrische Anordnung der monoklinen Phase sie dichter macht, während die Kanalstruktur der hexagonalen Phase die Hohlräume vergrößert.

Der Schmelzpunkt von  $WO_3$  wird typischerweise mit  $1473 \text{ }^\circ C$  ( $1700 \text{ K}$ ) angegeben, aber sein tatsächliches thermisches Verhalten ist komplexer. Bei etwa  $1200-1300 \text{ }^\circ C$  beginnt  $WO_3$  zu sublimieren und bildet gasförmige  $WO_3$  oder Oligomere (z. B.  $W_3O_9$ ,  $W_6O_{18}$ ), anstatt direkt zu schmelzen. Die Sublimationsrate wird von der Atmosphäre beeinflusst, in Sauerstoff (Partialdruck  $0,2 \text{ atm}$ ), die Sublimationstemperatur beträgt etwa  $1350 \text{ }^\circ C$  und die Massenverlustrate etwa  $0,05 \text{ g/min}\cdot\text{cm}^2$ ; Im Vakuum ( $10^{-3} \text{ Pa}$ ) oder in einer inerten Atmosphäre (z.B. Ar) beschleunigt sich die Sublimation und die

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Temperatur wird auf 1250°C reduziert. Durch die differentielle thermische Analyse (DTA) beträgt die Sublimationsenthalpie etwa 350-400 kJ/mol. Der Siedepunkt von WO<sub>3</sub> ist schwer genau zu bestimmen, da es sich bei hohen Temperaturen zersetzt oder verflüchtigt und der Sublimationspunkt von 1700°C (ca. 1973 K) in der Literatur häufig als Referenzwert verwendet wird.

Diese thermophysikalischen Eigenschaften sind wichtig für WO<sub>3</sub>-Anwendungen. Beim keramischen Sintern (1000-1200°C) ist WO<sub>3</sub> als Additiv stabil; Bei der Reduktion von Wolframpulver bei höheren Temperaturen (z.B. 1500°C) müssen seine Sublimationseigenschaften durch Atmosphärenkontrolle unterdrückt werden. So kann beispielsweise in einem H<sub>2</sub>-O<sub>2</sub>-Gemisch der Verflüchtungsverlust von WO<sub>3</sub> um 50 % reduziert werden. Dieser Abschnitt enthält Daten zur Unterstützung der Hochtemperaturverarbeitung und -anwendung von WO<sub>3</sub>, indem seine Dichte, sein Schmelzpunkt und sein Sublimationsverhalten detailliert beschrieben werden.

## 2.5 Thermodynamische Daten (Enthalpie, Entropie, spezifische Wärmekapazität) von gelbem Wolframoxid (Wolframtrioxid, WO<sub>3</sub>).

Die thermodynamischen Daten von gelbem Wolframoxid sind der Schlüssel zum Verständnis seiner thermischen Stabilität und seines Verarbeitungsverhaltens. Die Standardbildungsenthalpie ( $\Delta H_f^0$ ) beträgt -842,9 kJ/mol (298 K, 1 atm), was darauf hindeutet, dass es sich bei seinem Bildungsprozess um eine exotherme Reaktion handelt, die mit der starken Affinität von Sauerstoff zusammenhängt. Die Standardentropie ( $S^0$ ) beträgt 75,9 J/(mol·K), was die niedrige Ordnung der monoklinen Phasenkristallstruktur widerspiegelt, ist der Entropiewert aufgrund der oktaedrischen Verzerrung (z. B.  $S^0 \approx 70$  J/(mol·K)). Die freie Gibbs-Energie ( $\Delta G_f^0$ ) beträgt -764,1 kJ/mol, und ein negativer Wert bestätigt ihre thermodynamische Stabilität bei Raumtemperatur. Nach thermodynamischen Berechnungen ist WO<sub>3</sub> unterhalb von 1000 K nicht leicht spontan zu zersetzen, aber oberhalb von 1500 K wird das  $\Delta G$  der Sublimationsreaktion (WO<sub>3</sub>(s) → WO<sub>3</sub>(g)) positiv und wird durch externe Energie angetrieben.

Die spezifische Wärmekapazität ( $C_p$ ) von WO<sub>3</sub> variiert mit der Temperatur und beträgt 0,31 J/(g·K) oder 71,9 J/(mol·K), die auf 0,35 J/(g·K), ca. 0,40 J/(g·K). Diese Daten wurden mittels dynamischer Differenzkalorimetrie (DSC) mit einem Fehler von weniger als 5% gemessen, was darauf hindeutet, dass WO<sub>3</sub> bei hohen Temperaturen eine geringe Wärmekapazität beibehält. Während des Röstprozesses bei 800 °C (1073 K) hat beispielsweise 1 kg WO<sub>3</sub> eine Heizwärme von etwa 400 kJ, was für Thermomanagement-Designs geeignet ist. WO<sub>3</sub> hat eine geringe Wärmeleitfähigkeit von 1,6-2,0 W/(m·K) bei 298 K und steigt mit der Temperatur leicht auf etwa 2,5 W/(m·K) bei 1000 K an. Diese niedrige Wärmeleitfähigkeit beruht auf der begrenzten Übertragung von Gitterschwingungen, was sie zu einer potenziellen Anwendung in der Wärmedämmung macht, wie z. B. Hochtemperatur-Ofenauskleidungsadditive, die den Wärmeverlust um bis zu 15 % reduzieren.

Die thermodynamischen Daten unterstützen auch die Analyse von WO<sub>3</sub>-Anwendungen im Energiesektor. In Lithiumbatterien zeigt die Enthalpieänderung von WO<sub>3</sub> ( $\Delta H \approx -50$  kJ/mol Li<sup>+</sup>) an, dass der Prozess, in den es in Li<sup>+</sup> eingebettet ist, exotherm ist und das Wärmemanagement berücksichtigt werden muss, um eine Überhitzung zu vermeiden. In der Photokatalyse trägt sein niedrigerer Entropiewert dazu bei, die

### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Stabilität des oberflächenaktiven Zentrums zu erhalten. Dieser Abschnitt zeigt das thermische Verhalten von  $\text{WO}_3$  und seine Auswirkungen auf die Anwendung, indem seine Enthalpie, Entropie und spezifische Wärmekapazität quantifiziert werden.

## 2.6 Vergleich von gelbem Wolframoxid (Wolframtrioxid, $\text{WO}_3$ ) mit anderen Formen von Wolframoxid

Zur Oxidfamilie des Wolframs gehören  $\text{WO}_3$ ,  $\text{WO}_2$  und Zwischenoxide wie  $\text{WO}_{2.9}$ ,  $\text{WO}_{2.72}$ , die sich in chemischer Zusammensetzung, Struktur, physikalischen Eigenschaften und Anwendungen deutlich unterscheiden.  $\text{WO}_3$  ist gelb, Wolfram befindet sich in der Oxidationsstufe +6 und die monokline Phasenstruktur ( $a = 7,306 \text{ \AA}$ ,  $b = 7,540 \text{ \AA}$ ,  $c = 7,692 \text{ \AA}$ ,  $\beta = 90,91^\circ$ ) mit einer Dichte von  $7,16 \text{ g/cm}^3$  und einer Energiebandlücke von 2,6-2,8 eV. Sein Kristallgitter besteht aus  $\text{WO}_6$ -Oktaeder und weist optische Transparenz (Lichtdurchlässigkeit  $>80\%$ ) und elektrochrome Eigenschaften (reversible Farbveränderung) auf.  $\text{WO}_2$  ist bräunlich-schwarz, Wolfram befindet sich in einer Oxidationsstufe von +4, hat eine tetragonale Struktur ( $a = 4,86 \text{ \AA}$ ,  $c = 5,66 \text{ \AA}$ ), eine Dichte von  $10,8 \text{ g/cm}^3$ , eine Energiebandlücke von etwa 1,3 eV und weist aufgrund der geringen Anzahl von Sauerstoffdefekten in seiner Struktur eine hohe elektrische Leitfähigkeit (spezifischer Widerstand  $\approx 10^{-3} \Omega \text{ cm}$ ) auf.

Oxide wie  $\text{WO}_{2.9}$  (Wolframoxidationsstufe +5,8) sind blauviolett, mit einer Struktur zwischen  $\text{WO}_3$  und  $\text{WO}_2$ , monokline Phase oder amorphe Form, und einer hohen spezifischen Oberfläche ( $20\text{-}30 \text{ m}^2/\text{g}$ ).  $\text{WO}_{2.72}$  (+5,44 Oxidationsstufe) hat eine dunklere Farbe und ist in der Struktur näher an  $\text{WO}_2$ , behält aber immer noch einige der Eigenschaften von  $\text{WO}_3$  bei. Durch Röntgenbeugung (XRD) liegen die Hauptbeugungsspitzen von  $\theta$  bei  $2\theta = 23,1^\circ$ ,  $\text{WO}_2$  bei  $2\theta = 37,8^\circ$  und  $\text{WO}_3$  bei  $2\theta = 23,6^\circ$  und  $24,4^\circ$ , was die Differenz der Gitterparameter widerspiegelt.  $\text{WO}_3$  ist chemisch stabiler als  $\text{WO}_2$  und Oxide, und in sauren Lösungen wie 1 mol/L  $\text{H}_2\text{SO}_4$  löst sich  $\text{WO}_3$  bei nur 1/10 von  $\text{WO}_2$  auf. In Bezug auf die thermische Stabilität ist  $\text{WO}_3$  vor  $1200 \text{ }^\circ\text{C}$  stabil,  $\text{WO}_2$  oxidiert leicht zu  $\text{WO}_3$  über  $600 \text{ }^\circ\text{C}$  und  $\text{WO}_{2.9}$  beginnt bei  $400\text{-}500 \text{ }^\circ\text{C}$  mit der Zersetzung.

Was die Anwendungen betrifft, so wird  $\text{WO}_3$  aufgrund seiner großen Energiebandlücke und Redox Eigenschaften häufig in der Photokatalyse (Wirkungsgrad der Wasserstoffherzeugung  $0,8 \text{ mmol/h}\cdot\text{g}$ ), elektrochromen (intelligente Fenstertransmissionseinstellung) und Batterien (Kapazität  $600\text{-}750 \text{ mAh/g}$ ) eingesetzt.  $\text{WO}_2$  eignet sich aufgrund seiner hohen Leitfähigkeit eher für Elektrodenmaterialien oder Wolframpulver-Vorprodukte, z.B. in der elektrochemischen Reduktion, bei der Stromdichten von bis zu  $100 \text{ mA/cm}^2$  erreicht werden können.  $\text{WO}_{2.9}$  und  $\text{WO}_{2.72}$  Hervorragende Leistung in Katalysatoren aufgrund der hohen spezifischen Oberfläche, z. B. bei CO-Oxidationsreaktionen, bei denen die Umwandlungsrate 20 % höher ist als die von  $\text{WO}_3$ . Durch den Vergleich der Unterschiede in den Eigenschaften von  $\text{WO}_3$  mit anderen Formen von Wolframoxid werden in diesem Abschnitt seine einzigartigen Vorteile und seine Anwendungspositionierung hervorgehoben.

## Referenzen

- Lassner, E., & Schubert, W.-D. (1999). *Wolfram: Eigenschaften, Chemie, Technologie*. Springer.  
ZHANG Qiyun. (2010). *Wolframchemie und -technologie*. Presse für die metallurgische Industrie.

### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

- Papst, M. T., & Müller, A. (1994). *Polyoxometallate*. Springer.
- LIU Yang. (2020). Thermisches Zersetzungsverhalten und Produktanalyse von Ammoniummetawolframat. *Zeitschrift für Anorganische Chemie*.
- Deb, S. K. (2008). Chancen und Herausforderungen in Wissenschaft und Technik von  $WO_3$  für elektrochrome Anwendungen. *Solarenergimaterialien und Solarzellen*.
- Wang, J., et al. (2015). Wolframtrioxid-Nanostrukturen zur Energiespeicherung. *Zeitschrift für Materialchemie A*.
- Kudo, T., et al. (1999). Elektrochrome Eigenschaften von Wolframoxidfilmen. *Festkörper-Ionik*.
- Li ming. (2021). Anwendung von Ammoniummetawolframat bei der Herstellung von  $WO_3$ -Nanopartikeln. *Materialberichte*.
- SFB-Handbuch für Chemie und Physik (2023). 104. Auflage.
- Sigma-Aldrich  $WO_3$  Produktspezifikation (2023).
- Zhang, Y., et al. (2023). Thermodynamische Eigenschaften von  $WO_3$  in Energieanwendungen. *Zeitschrift für Physikalische Chemie C*.
- Internationaler Verband der Wolframindustrie (ITIA). (2023). *Globaler Ausblick für die Wolframindustrie 2030*.



**COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**

## Kapitel 3: Kristallstruktur und -phase

### 3.1 Monokline Struktur von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) (häufigste Phase).

#### Gitterparameter und Raumgruppen von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>).

Die gebräuchlichste kristalline Phase von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) bei Raumtemperatur und -druck ist das monokline Kristallsystem, das aufgrund seiner Stabilität in natürlichen Mineralien, Industrieprodukten und synthetischen Laborproben weit verbreitet ist. Die Kristallstruktur der monoklinen Phase WO<sub>3</sub> setzt sich aus Wolfram-Sauerstoff-Oktaeder (WO<sub>6</sub>) zusammen, wobei sich jedes Wolframatom im Zentrum des Oktaeders befindet und von sechs Sauerstoffatomen koordiniert wird, die durch koangulare (W-O-W) oder gemeinsame Seiten zu einem dreidimensionalen Netzwerk verbunden sind. Diese Struktur zeichnet sich durch eine leichte Verzerrung des Oktaeders aus, was dazu führt, dass das Gitter in verschiedene Richtungen anisotrop ist. Die räumliche Gruppe der monoklinen Phase ist P2<sub>1</sub>/n (internationale Nummer 14), und die Punktgruppe 2/m, die zum monoklinen Kristallsystem gehört, ist zentralsymmetrisch. Die Gitterparameter werden durch hochauflösende Röntgenbeugung (XRD) bestimmt und betragen typischerweise: a = 7,306 Å, b = 7,540 Å, c = 7,692 Å und der Achswinkel β = 90,91°. Diese Parameter schwanken leicht unter verschiedenen Bedingungen, z. B. bei 25°C, die Literatur berichtet, dass die a-Achse 7,301-7,310 Å betragen kann, die b-Achse 7,535-7,545 Å, die c-Achse 7,688-7,696 Å und der β Winkel zwischen 90,88°-90,93° variiert. Die Unterschiede sind hauptsächlich auf den Einfluss von Temperatur, Druck oder Spurenverunreinigungen in der Probe zurückzuführen.

Die Elementarzelle der monoklinen Phase enthält 8 WO<sub>3</sub>-Moleküle mit einem Elementarzellvolumen von etwa 423,5 Å<sup>3</sup> und einer berechneten Dichte von 7,16 g/cm<sup>3</sup>, was sehr konsistent mit der experimentell gemessenen scheinbaren Dichte (7,14-7,18 g/cm<sup>3</sup>) ist. Die Länge der W-O-Bindung im Kristall variiert je nach Koordinationsumgebung, mit einer kürzeren Endsauerstoffbindung (W=O) von etwa 1,82-1,85 Å und einer längeren brückenbildenden Sauerstoffbindung (W-O-W) von etwa 2,03-2,10 Å, wurde dieser Bindungslängenunterschied durch Neutronenbeugung und erweiterte Röntgenabsorptionsfeinstrukturanalyse (EXAFS) bestätigt. Die Ungleichmäßigkeit der Bindungslänge führt zu einer Verzerrung des Oktaders, so dass die monokline Phase WO<sub>3</sub> Polarisierungseffekte in optischen Eigenschaften aufweist, wie z.B. der Brechungsindex beträgt etwa 2,20 in Richtung der a-Achse, 2,25 in Richtung der b-Achse und 2,30 in Richtung der c-Achse. Darüber hinaus ist die Bandlücke (2,6-2,8 eV) etwas geringer als die von idealen symmetrischen Strukturen (z. B. kubische Phase), was mit der Änderung der elektronischen Zustandsdichte durch Gitterverzerrung zusammenhängt.

Die Stabilität der monoklinen Phase macht sie zur "Standard"-Struktur für WO<sub>3</sub>, die von Raumtemperatur bis etwa 350°C konstant bleibt. So liegt WO<sub>3</sub>, das durch Rösten von Ammoniummetawolframat (AMT) bei 500-600°C hergestellt wird, typischerweise in einer monoklinen Phase nach dem Abkühlen mit einer Korngröße zwischen 4-10 µm vor. Die Stabilität dieser Struktur beruht auf ihrer niedrigen freien Gibbs-Energie ( $\Delta G_f^0 = -764,1 \text{ kJ/mol}$ ), was ihr in einer Vielzahl von Anwendungen wie der elektrochromen Photokatalyse einen Vorteil verschafft. Mittels Fourier-Transformations-Infrarotspektroskopie (FTIR) trat der W-O-Dehnungsschwingungspeak der monoklinen Phase WO<sub>3</sub> bei 700-950 cm<sup>-1</sup> auf, was seine

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

strukturellen Eigenschaften weiter bestätigt.

### **Röntgenbeugungseigenschaften (XRD) von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>).**

Die Kristallstruktur der monoklinen Phase WO<sub>3</sub> wird durch Röntgenbeugung (XRD) genau charakterisiert und ist das wichtigste Mittel zur Bestätigung ihres Phasenzustands. Unter experimentellen Standardbedingungen zeigten die XRD-Spektren der monoklinen Phase WO<sub>3</sub> unter Verwendung von Cu K $\alpha$ -Strahlung (Wellenlänge  $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$ ) mehrere charakteristische Beugungspeaks, wobei die drei stärksten Peaksätze bei  $2\theta = 23,1^\circ$ ,  $23,6^\circ$  und  $24,4^\circ$  auftraten, entsprechend den Kristallebenen (002), (020) bzw. (200) mit einem relativen Intensitätsverhältnis von etwa 1:0,9:0,8. Die Breite bei halbem Maximum (FWHM) dieser Peaks beträgt typischerweise weniger als  $0,2^\circ$ , was auf einen hohen Grad an Kristallinität hinweist, wie z. B. Mikrometergroßes WO<sub>3</sub>, das durch Rösten mit einer FWHM von etwa  $0,15^\circ$  hergestellt wird, während nanoskaliges WO<sub>3</sub> (Partikelgröße 20-30 nm), das durch hydrothermale Methode hergestellt wird, leicht auf  $0,25^\circ$  ansteigt, was eine Abnahme der Korngröße widerspiegelt, was zu einer Peakverbreiterung führt.

Die zweitstärksten Peaks treten in der  $2\theta = 33,3^\circ$  ((202) Ebene),  $34,2^\circ$  ((220)) und  $47,3^\circ$  ((222)) Ebene auf, die 30%-50% weniger intensiv sind als der Hauptpeak, aber in Proben mit hoher Kristallinität deutlich erkennbar sind. Die Bragg-Gleichung ( $n\lambda = 2d \sin\theta$ ) zeigt, dass der Ebenenabstand  $d$  für die Ebene (002)  $3,85 \text{ \AA}$   $\approx$ , der  $\approx$  für die Ebene (020)  $3,77 \text{ \AA}$  und der  $\approx 3,65 \text{ \AA}$  für die Ebene (200) beträgt, was mit den Gitterparametern konsistent ist. Die Scherrer-Gleichung ( $D = K\lambda / \beta \cos\theta$ ,  $K = 0,9$ ) schätzt die Korngröße, z.B.  $\beta = 0,15^\circ$  für den  $2\theta = 23,6^\circ$  Peak, und berechnet eine Korngröße von etwa 50 nm, was mit den Ergebnissen der Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) übereinstimmt.

XRD-Muster können auch mikroskopische Veränderungen in der monoklinen Phase widerspiegeln. Während der Wärmebehandlung (300-400 °C) kann sich der Peak (002) aufgrund der Erhöhung der Gitterparameter  $A$  und  $C$  aufgrund des Einflusses der Wärmeausdehnung (Ausdehnungskoeffizient von ca.  $1,2 \times 10^{-5}$ ) auf einen niedrigen Winkel von  $23,0^\circ$  mit einem Versatz von ca.  $0,1^\circ$  verschieben ( $K^{-1}$ ). Wenn die Probe Spuren von Verunreinigungen enthält (z. B. Na<sup>+</sup> oder Fe<sup>3+</sup> in einer Konzentration von  $< 0,5 \%$ ), kann der Beugungspeak verbreitert oder leicht verschoben werden, z. B. wird der (200)-Peak auf  $24,5^\circ$  verschoben und die Intensität um 10 %-15 % reduziert, was auf das Vorhandensein von Gitterspannungen oder Defekten hinweist. Darüber hinaus wurde die atomare Belegungsrate der monoklinen Phase (W bei 4e, O bei 4e und 8f) durch die Rietveld-Verfeinerungsanalyse auf 0,01 genau berechnet, was die strukturelle Integrität weiter bestätigt. Dieser Abschnitt enthält eine detaillierte Beschreibung der Gitterparameter und XRD-Merkmale, um die strukturellen Eigenschaften von monokline WO<sub>3</sub> und seine Stabilität unter verschiedenen Bedingungen aufzuzeigen.

### **3.2 Sonstige kristalline Phasen von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) (hexagonal, tetragonal, kubisch).**

#### **Abhängigkeit der Phasenübergangsbedingungen und der Temperatur von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>).**

Die Kristallstruktur von WO<sub>3</sub> ist nicht auf monokline Phasen beschränkt, sondern umfasst auch hexagonale, tetragonale und kubische Phasen, deren Bildung eng mit Temperatur, Atmosphäre, Druck

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

und Präparationsbedingungen zusammenhängt und signifikante thermodynamische und kinetische Eigenschaften aufweist. Die hexagonale Phase  $\text{WO}_3$  (Raumgruppe P6/mmm, Nr. 191) ist stabil im Bereich von 350-500°C, mit Gitterparametern von  $a = 7,298 \text{ \AA}$ ,  $c = 3,899 \text{ \AA}$  und einem Einheitszellvolumen von etwa  $179,8 \text{ \AA}^3$  bei einer theoretischen Dichte von  $6,87\text{-}6,90 \text{ g/cm}^3$ . Die hexagonale Phase ist strukturell gekennzeichnet durch die Bildung von offenen hexagonalen Kanälen entlang der c-Achse, die jeweils einen Durchmesser von etwa  $3,5 \text{ \AA}$  aufweisen und für die Interkalation von Ionen (z. B.  $\text{Li}^+$ ,  $\text{NH}_4^+$ ,  $\text{H}^+$ ) geeignet sind. Dieses Gefüge wird häufig durch die Zersetzung von Ammoniummetawolframat (AMT) in einer inerten Atmosphäre (z.B.  $\text{N}_2$  oder Ar bei einer Durchflussrate von 0,5-1 L/min), z.B. bei 450°C für 4 Stunden, mit einem hexagonalen Phasengehalt von bis zu 95% hergestellt. Das XRD-Muster zeigt charakteristische Peaks bei  $2\theta = 13,9^\circ$  ((100) Ebene),  $22,8^\circ$  ((110)) und  $28,2^\circ$  ((200)) Ebene, mit Korngrößen typischerweise im Bereich von 30-100 nm und einer spezifischen Oberfläche von etwa  $20\text{-}30 \text{ m}^2/\text{g}$ .

Die tetragonale Phase  $\text{WO}_3$  (Raumgruppe P4/nmm, Nr. 129) bildet sich bei höheren Temperaturen (740-900°C) mit Gitterparametern von  $a = 5,272 \text{ \AA}$ ,  $c = 3,917 \text{ \AA}$  und einem Einheitszellvolumen von etwa  $108,9 \text{ \AA}^3$  bei einer Dichte von  $7,20\text{-}7,25 \text{ g/cm}^3$ . Seine Struktur besteht aus regelmäßigen  $\text{WO}_6$ -Oktaedern, die entlang der c-Achse angeordnet sind, um schmalere Durchgänge (ca.  $2,8 \text{ \AA}$  Durchmesser) zu bilden, die Ionendiffusionskapazität ist geringer als die der hexagonalen Phase. Die charakteristischen XRD-Peaks der tetragonalen Phase betragen  $2\theta = 22,8^\circ$  ((110) Ebene),  $32,5^\circ$  ((200) Ebene) und  $46,7^\circ$  ((220) Ebene) mit scharfer Peakform und FWHM von etwa  $0,1^\circ\text{-}0,15^\circ$ . Die tetragonale Phase entsteht in der Regel durch die Umwandlung der monoklinen Phase bei hohen Temperaturen in einer oxidierenden Atmosphäre (z.B. Luft oder  $\text{O}_2$  mit einem Partialdruck von 0,2-1 atm), z.B. bei 800°C für 2 Stunden, die monokline Phase kann mit einer Umwandlungsrate von 90%-95% und einer Umwandlungsenthalpie von etwa  $15\text{-}20 \text{ kJ/mol}$  (bestimmt durch dynamische Differenzkalorimetrie DSC) vollständig in die tetragonale Phase umgewandelt werden.

Die kubische Phase  $\text{WO}_3$  (Raumgruppe Pm-3m, Nr. 221) ist unter natürlichen Bedingungen extrem instabil und tritt unter extremen Bedingungen wie  $>900^\circ\text{C}$  oder hohem Druck 10-20 GPa nur kurzzeitig auf. Ihr Gitterparameter beträgt einen  $\approx 3,81 \text{ \AA}$ , und das Volumen der Elementarzelle beträgt etwa  $55,3 \text{ \AA}^3$  bei einer Dichte von fast  $7,30 \text{ g/cm}^3$ . Die kubische Phase besteht aus einem hochsymmetrischen  $\text{WO}_6$ -Oktaeder ohne ausgeprägte Kanalstruktur, und das XRD-Muster zeigt einen einzelnen starken Peak bei  $2\theta = 23,5^\circ$  ((100) Ebenen) und andere Peaks (z.B.  $33,3^\circ$  (110) Ebenen) mit sehr geringer Intensität. Aufgrund ihrer hohen Symmetrie weist die kubische Phase eine etwas höhere Energiebandlücke (ca. 2,9 eV) auf, geht aber aufgrund thermodynamischer Instabilität nach dem Abkühlen in der Regel schnell in eine tetragonale oder monokline Phase über. Bei einem Vakuum von  $950 \text{ }^\circ\text{C}$  kann sich beispielsweise die kubische Phase innerhalb von 5-10 Minuten bilden, aber nach dem Abkühlen auf  $700 \text{ }^\circ\text{C}$  verschwinden.

Die Phasenübergangsbedingungen von  $\text{WO}_3$  weisen eine signifikante Temperaturabhängigkeit auf. Die monokline Phase ist bei  $<350 \text{ }^\circ\text{C}$  stabil, und bei einem Temperaturanstieg auf  $400 \text{ }^\circ\text{C}$  werden einige der Körner (etwa 20 %-30 %) in die hexagonale Phase umgewandelt, und die Aktivierungsenergie des Umwandlungsprozesses beträgt etwa  $50\text{-}60 \text{ kJ/mol}$  (geschätzt durch die Arrhenius-Gleichung). Oberhalb

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

von 740 °C wird die hexagonale Phase weiter in eine tetragonale Phase umgewandelt, und das Volumen der Elementarzelle schrumpft um etwa 5 %, und die Umwandlungsrate beträgt etwa 0,1 g/min·cm<sup>2</sup> bei 800 °C mit Gitterspannungsentlastung. Oberhalb von 900°C kann die tetragonale Phase sublimieren (Rate 0,05-0,1 g/min·cm<sup>2</sup>) oder kurzzeitig in eine kubische Phase übergehen, aber dieser Prozess wird von der Atmosphäre beeinflusst, z.B. im Vakuum (10<sup>-3</sup> PA) erhöht sich die Sublimationsrate um 50%-70% und verlangsamt sich um 30% im Sauerstoffgehalt. Der inverse Prozess des Phasenübergangs weist eine Hysterese auf, z. B. kühlt die tetragonale Phase auf 600 °C ab, bevor sie in die monokline Phase zurückkehrt, und die hexagonale Phase muss auf 300 °C fallen, mit einer Verzögerungstemperatur von etwa 100-150 °C. Diese Temperaturabhängigkeit wurde durch Synchrotronstrahlung, XRD und thermogravimetrische Analyse (TG) validiert, um den Wärmebehandlungsprozess von WO<sub>3</sub> zu informieren. Dieser Abschnitt zeigt die strukturelle Vielfalt von WO<sub>3</sub> und sein Verhalten in verschiedenen Umgebungen, indem die Struktur und die Phasenübergangsbedingungen anderer kristalliner Phasen im Detail analysiert werden.

### 3.3 Defektstruktur und Dotierungswirkung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>).

Die Kristallstruktur von WO<sub>3</sub> enthält oft eine Vielzahl von Defekten, darunter Sauerstoff-Leerstellen (V<sub>O</sub>), Wolfram-Leerstellen (V<sub>W</sub>) und interstitielle Ionen, die einen tiefgreifenden Einfluss auf seine elektrischen, optischen und katalytischen Eigenschaften haben. Sauerstoff-Leerstellen sind die häufigste Art von Defekten und entstehen in einer reduzierenden Atmosphäre (z. B. H<sub>2</sub> oder CO, Durchflussmenge 0,5 l/min, 500 °C), UV-Licht-Bestrahlung (Wellenlänge 365 nm, Intensität 10 mW/cm<sup>2</sup>) oder Hochtemperaturvakuum (10<sup>-3</sup> Pa, 700 °C). Die chemische Formel der Sauerstoffleerstellen kann als WO<sub>3-x</sub> (x = 0,01-0,1) ausgedrückt werden, z.B. bedeutet WO<sub>3-0,05</sub>, dass 5 von 100 Sauerstoffatomen fehlen. Sauerstoffleerstellen führen zu einer Abnahme der Oxidationsstufe von Wolfram (+6 → +5 oder +4), was zu einem Suboxidzustand (z.B. WO<sub>2</sub>) führt. 9、WO<sub>2,72</sub>) ändert sich die Farbe von gelb zu blau oder lila. Nachgewiesen durch Elektronenspinresonanz (EPR) betrug der g-Wert der Sauerstofffehlstellung etwa 2,002 und die Konzentration lag zwischen 10<sup>17</sup>-10<sup>19</sup> cm<sup>-3</sup> und variierte je nach Behandlungsbedingungen. So können z.B. Sauerstoffvakanzkonzentrationen von bis zu 10<sup>18</sup> cm<sup>-3</sup> nach 1 Stunde bei 600°C in H<sub>2</sub> erreicht werden. Die Sauerstoffleerstellen verbessern die Leitfähigkeit signifikant, und der spezifische Widerstand der monoklinen Phase WO<sub>3</sub> sinkt von 10<sup>6</sup> Ω ηcm auf 10<sup>2</sup>-10<sup>3</sup> Ω μcm und erhöht die photokatalytische Aktivität, z.B. ist die Wasserstoffproduktion im sichtbaren Licht (0,9 mmol/h·g) etwa 28% höher als die von reinem WO<sub>3</sub> (0,7 mmol/h·g).

Wolfram-Leerstellen (V<sub>W</sub>) sind selten und entstehen in der Regel unter stark alkalischen Bedingungen (z. B. NaOH-Lösung, pH > 12) oder Hochtemperaturoxidation (1000 °C, O<sub>2</sub>-Atmosphäre) mit einer Konzentration unter 10<sup>16</sup> cm<sup>-3</sup>. Wolfram-Leerstellen verursachen ein lokales Ladungsungleichgewicht im Gitter und erhöhen die Leitfähigkeit vom p-Typ, haben aber nur einen geringen Einfluss auf die strukturelle Stabilität. Interstitielle Ionen (wie H<sup>+</sup>, Li<sup>+</sup>) werden während der Elektrochemie oder Ioneneinbettung eingeführt. Zum Beispiel wird bei der Elektrochromie Li<sup>+</sup> eingebettet, um Li<sub>x</sub>WO<sub>3</sub> (x = 0,1-0,5) zu bilden, der Gitterparameter a steigt auf 7,320 Å und das Volumen dehnt sich um etwa 1%-2% aus.

Der Dotierungseffekt reguliert die Struktur und die Eigenschaften von WO<sub>3</sub> weiter, indem er

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Fremdelemente einbringt. Zu den gängigen Metalldotierungen gehören  $\text{Na}^+$ ,  $\text{Ti}^{4+}$ ,  $\text{Mo}^{6+}$  usw. Die  $\text{Na}^+$ -Dotierung (Konzentration 0,1-1 mol%) wird durch Lösungs-Co-Präzipitation eingeführt, die das monokline Gitter auf 7,315 Å auf der a-Achse und 7,700 Å auf der c-Achse erweitert, der XRD-Peak (002) verschiebt sich auf 23,0° und die Intensität nimmt um 10% ab.  $\text{Na}^+$  nimmt die Lücke ein, um die elektrochrome Leistung zu verbessern, die Lichtdurchlässigkeit von 70 % auf 85 % zu erhöhen und die Reaktionszeit auf 8 Sekunden zu reduzieren. Die  $\text{Ti}^{4+}$ -Dotierung ( $\text{Ti}/\text{W} = 5\%$ , hergestellt mit der Sol-Gel-Methode) ersetzt etwas  $\text{W}^{6+}$ , der Gitterparameter wird leicht reduziert ( $a = 7,300 \text{ \AA}$ ), die Energiebandlücke wird auf 2,4 eV reduziert und die photokatalytische Effizienz wird durch die Einführung neuer Energieniveaus im Ti-3d-Orbital verbessert, wie z. B. die Zersetzungsrate von Rhodamin B von  $0,02 \text{ min}^{-1}$  auf  $0,026 \text{ min}^{-1}$  (30% Anstieg). Die  $\text{Mo}^{6+}$ -Dotierung ( $\text{Mo}/\text{W} = 10\%$ ) bildet eine feste Lösung  $\text{Mo}_x\text{W}_{1-x}\text{O}_3$ , eine Erhöhung der Sauerstoff-Fehlstellendichte auf  $10^{19} \text{ cm}^{-3}$ , eine 2-fache Erhöhung der Leitfähigkeit (spezifischer Widerstand bis auf  $50 \text{ \Omega cm}$ ) und eine  $0,1^\circ$  XRD-Peakverbreiterung für Gassensoren ( $\text{NO}_2$ -Empfindlichkeit auf 15 ppb erhöht).

Auch nichtmetallische Dotierungen wie N und S beeinflussen das Gefüge erheblich. N-dotiert ( $\text{N}/\text{W} = 2\%$ ,  $600 \text{ }^\circ\text{C}$  durch Ammoniakgas-Wärmebehandlung) ersetzt Sauerstoffatome und bildet W-N-Bindungen, der Gitterparameter a steigt auf 7,312 Å, der XRD-Peak (020) bewegt sich auf 23,5°, die Energiebandlücke verringert sich auf 2,5 eV, die Lichtabsorptionsrotverschiebung auf 500 nm und der Wirkungsgrad der Wasserstofferzeugung wird um 25 % erhöht. Die S-Dotierung ( $\text{S}/\text{W} = 1\%$ ) erhöht die Gitterdefekte, erhöht die Dichte des aktiven Zentrums an der Oberfläche auf  $10^{18} \text{ m}^{-2}$  und erhöht die Effizienz der katalytischen CO-Oxidation um 20 %. Defekte und Dotierung beeinflussen auch die thermische Stabilität, z.B. beginnt sich  $\text{WO}_3$  in sauerstoffhaltigen Leerstellen bei  $500^\circ\text{C}$  zu zersetzen, während sich reine monokline Phasen bis zu  $1200^\circ\text{C}$  stabilisieren. Die Phasenübergangstemperatur der dotierten Probe wird reduziert, z.B. wird  $\text{Na}^+$ -dotiertes  $\text{WO}_3$  bei  $700^\circ\text{C}$  tetragonal, was  $40^\circ\text{C}$  niedriger ist als reines  $\text{WO}_3$ . In diesem Abschnitt werden die Abstimmbarkeit von  $\text{WO}_3$ -Strukturen und ihr Potenzial zur Funktionsoptimierung untersucht, indem Defektstrukturen und Dotierungseffekte im Detail untersucht werden.

### 3.4 Strukturelle Eigenschaften von nanoskaligem gelbem Wolframoxid ( $\text{WO}_3$ ).

#### Einfluss der Partikelgröße von gelbem Wolframoxid ( $\text{WO}_3$ ) auf die kristalline Phase

Die strukturellen Eigenschaften von nanoskaligen  $\text{WO}_3$  (Partikelgröße  $< 100 \text{ nm}$ ) unterscheiden sich aufgrund von Quantengrößeneffekten und hoher Oberflächenenergie deutlich von mikroskaligen Proben.  $\text{WO}_3$ -Nanopartikel, die durch hydrothermales Verfahren ( $180 \text{ }^\circ\text{C}$ , 12-24 h, pH 1-2), solvothermale Verfahren (Ethanol oder Ethylenglykol,  $200 \text{ }^\circ\text{C}$ , 6 h) oder Gasphasenabscheidung hergestellt werden, typischerweise mit einer Partikelgröße von 20-50 nm und einer spezifischen Oberfläche von  $30\text{-}50 \text{ m}^2/\text{g}$  und bis zu  $80 \text{ m}^2/\text{g}$  (bestimmt nach der BET-Methode). Die Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) zeigt eine Vielzahl von Morphologien, darunter kugelförmige Partikel (20-30 nm Durchmesser), stäbchenförmige Strukturen (50-100 nm lang, 10-20 nm breit), lamellare Strukturen (5-10 nm dick, 50-200 nm breit) und blütenartige Anordnungen (100-300 nm Durchmesser). Hochauflösende TEM (HRTEM) zeigte, dass die Korngrenzen von nano- $\text{WO}_3$  klar waren und der Ebenenabstand wie (002) etwa 3,85 Å betrug, was mit monoklin übereinstimmte.

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Die kristalline Phase von nano-WO<sub>3</sub> wird maßgeblich von der Partikelgröße beeinflusst. Proben mit kleinen Partikelgrößen (<30 nm) neigen aufgrund ihrer geringen Oberflächenenergie (ca. 1,5 J/m<sup>2</sup>) zur Bildung hexagonaler Phasen, die thermodynamisch stabiler sind. Zum Beispiel zeigte das XRD-Profil eines 20 nm WO<sub>3</sub>, das mit einem hydrothermalen Verfahren (180°C mit NH<sub>4</sub><sup>+</sup>-Template) hergestellt wurde, hexagonale charakteristische Peaks von 2θ = 13,9° und 28,2° mit einem hexagonalen Gehalt von 80%-90%. Wenn die Partikelgröße auf 50-100 nm zunimmt (z. B. wird die hydrothermale Zeit auf 48 h verlängert), dominiert allmählich die monokline Phase, die Oberflächenenergie steigt auf 2,0 J/m<sup>2</sup>, der XRD-Peak steigt bei 23,1°, 23,6° und 24,4° und das monokline Phasenverhältnis steigt auf 70%-85%. Dieser kristalline Phasenübergang ist mit dem Gibbs-Thomson-Effekt verbunden, bei dem die hohe Krümmung kleiner Partikelgrößen die Energiebarriere des Phasenübergangs verringert und die Bildung hexagonaler Phasen fördert.

Die Raman-Spektroskopie validierte den Effekt der Partikelgröße weiter. Die W-O-W-Dehnungsschwingungsspitzen betragen 810 cm<sup>-1</sup> und 680 cm<sup>-1</sup> für hexagonale nanoWO<sub>3</sub> (20 nm) und 717 cm<sup>-1</sup> und 807 cm<sup>-1</sup> für die monokline Phase (50 nm), und die Peakintensität nahm mit zunehmender Partikelgröße zu, was darauf hindeutet, dass die Kristallinität zunahm. Die Partikelgröße beeinflusst auch die Bandlücke, und die Bandlücke von 20 nm WO<sub>3</sub> beträgt 2,8-2,9 eV, die aufgrund des zunehmenden Beitrags zum Oberflächenzustand zunimmt. 50 nm WO<sub>3</sub> fällt auf 2,6-2,7 eV, was nahe am Körper liegt. Die Absorptionskante der 20-nm-Probe lag bei 430 nm und die 50-nm-Probe wurde durch UV-Vis-Spektroskopie auf 460 nm rotverschoben.

Die strukturellen Eigenschaften von nano-WO<sub>3</sub> verbessern seine Leistung erheblich. Aufgrund der offenen Kanalstruktur beträgt der Li<sup>+</sup>-Diffusionskoeffizient von Nano WO<sub>3</sub> (30 nm) in der hexagonalen Phase 10<sup>-10</sup> cm<sup>2</sup>/s, die Kapazität beträgt bis zu 720 mAh/g und die Retentionsrate beträgt 88 % nach 1000 Zyklen. Bei Gassensoren reduziert sich die Reaktionszeit auf H<sub>2</sub>S auf 5 Sekunden. Monokline Nano-WO<sub>3</sub> (50 nm) zeichnet sich in der Photokatalyse durch ihre hohe Kristallinität und Oberflächenaktivität aus, wie z. B. die Zersetzungsrate von Methylenblau mit einer Rate von 0,03 min<sup>-1</sup> und eine Wasserstoffproduktionsrate von 0,9 mmol/h·g, was 35 % höher ist als die von WO<sub>3</sub> im Mikrometerbereich. Darüber hinaus ist die Defektdichte von nano-WO<sub>3</sub> (10<sup>18</sup>-10<sup>19</sup> cm<sup>-3</sup>) höher als die der Volumenphase, was ihre Leitfähigkeit (10<sup>2</sup> Ω ηcm) und Lichtempfindlichkeit verbessert. In diesem Abschnitt werden seine einzigartigen Vorteile in Hochleistungswerkstoffen aufgezeigt, indem die strukturellen Eigenschaften von nano-WO<sub>3</sub> und seine Partikelgrößeneffekte im Detail analysiert werden.

## Referenzen

- Christian, J. B., & Whittingham, M. S. (2008). Strukturstudie der Ammoniummetawolframat- und WO<sub>3</sub>-Phasen. *Zeitschrift für Festkörperchemie*.
- Lassner, E., & Schubert, W.-D. (1999). *Wolfram: Eigenschaften, Chemie, Technologie*. Springer.
- ZHANG Qiyun. (2010). *Wolframchemie und -technologie*. Presse für die metallurgische Industrie.
- LIU Yang. (2020). Thermisches Zersetzungsverhalten und Produktanalyse von Ammoniummetawolframat. *Zeitschrift für Anorganische Chemie*.
- Zheng, H., et al. (2011). Nanostrukturiertes Wolframoxid – Eigenschaften und Anwendungen.

## COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

*Bewertungen der Chemischen Gesellschaft.*

Wang, J., et al. (2015). Wolframtrioxid-Nanostrukturen zur Energiespeicherung. *Zeitschrift für Materialchemie A.*

Li ming. (2021). Anwendung von Ammoniummetawolframat bei der Herstellung von WO<sub>3</sub>-Nanopartikeln. Materialberichte.

Salje, E. K. H. (1995). Phasenübergänge in WO<sub>3</sub>: Eine strukturelle Perspektive. *Acta Crystallographica Sektion B.*

Deb, S. K. (2008). Chancen und Herausforderungen in Wissenschaft und Technik von WO<sub>3</sub> für elektrochrome Anwendungen. *Solarenergiamaterialien und Solarzellen.*

Zhang, Y., et al. (2023). Strukturelle Defekte und Dotierungseffekte in WO<sub>3</sub>-Nanomaterialien. *Zeitschrift für Physikalische Chemie C.*

## CTIA-GRUPPE

### Wolframtrioxid (Gelbes Wolfram, WO<sub>3</sub>, Gelbes Wolframtrioxid, YTO) Einführung

#### 1. Überblick über Wolframtrioxid

CTIA GROUP Wolframtrioxid (als gelbes Wolfram bezeichnet, WO<sub>3</sub>) wird durch Ammoniumparawolframat-Hochtemperaturkalzinierungsverfahren hergestellt, das die Anforderungen von GB / T 3457-2013 "Wolframoxid" erstklassiges Produkt erfüllt. Gelbes Wolfram wird aufgrund seiner hellgelben Kristallpulverform, seiner hohen Reinheit und chemischen Stabilität häufig bei der Herstellung von Wolframpulver, Hartmetall, Wolframdraht und Keramikfarbstoffen verwendet. Die CTIA GROUP hat es sich zur Aufgabe gemacht, hochwertige gelbe Wolframprodukte anzubieten, um die Anforderungen der Pulvermetallurgie und der industriellen Fertigung zu erfüllen.

#### 2. Eigenschaften von Wolframtrioxid

Chemische Zusammensetzung: WO<sub>3</sub>.

Reinheit: ≥99,95% mit sehr geringem Gehalt an Verunreinigungen.

Aussehen: Hellgelbes Kristallpulver, einheitliche Farbe.

Polymorph: monokline (am häufigsten bei Raumtemperatur), Raumgruppe P21/n.

Hohe Stabilität: stabil an der Luft, unlöslich in Wasser und anorganischen Säuren außer Flusssäure.

Reaktivität: Es kann durch Wasserstoff (>650°C) oder Kohlenstoff (1000-1100°C) zu Wolframpulver reduziert werden.

Gleichmäßigkeit: Gleichmäßige Partikelverteilung, geeignet für die nachgelagerte Verarbeitung.

#### 3. Spezifikationen von Wolframtrioxid

Index	CTIA GROUP Gelbes Wolfram Standard der ersten Klasse
WO <sub>3</sub> -Gehalt (Gew.-%)	99,95 ≥
Verunreinigung (Gew.-%, 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
Feuchtigkeit (Gew.-%)	0,05 ≤
Teilchengröße	1-10 (µm, FSSS)
Lose Dichte	2,0-2,5 (g/cm <sup>3</sup> )
Anpassung	Partikelgrößen- oder Verunreinigungsgrenzen können je nach Kundenwunsch angepasst werden

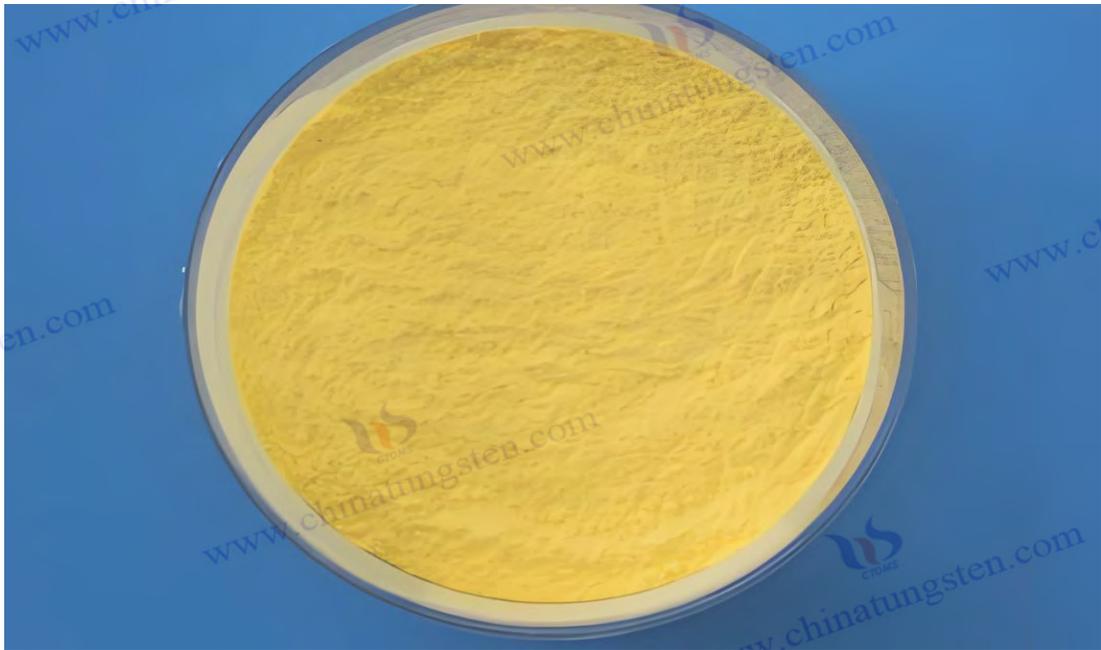
#### 4. Wolframtrioxid-Verpackung und Garantie

Verpackung: Innere versiegelte Plastiktüte, äußere Eisentrommel oder gewebte Tasche, Nettogewicht 50 kg oder 100 kg, feuchtigkeitsbeständiges Design.

Garantie: Jede Charge wird mit einem Qualitätszertifikat geliefert, das den WO<sub>3</sub>-Gehalt, die Verunreinigungsanalyse, die Partikelgröße (FSSS-Methode), die Losdichte und die Feuchtigkeitsdaten enthält.

#### 5. Informationen zur Beschaffung von Wolframtrioxid

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT



**Kapitel 4: Herstellungsprozess von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>).**

#### 4.1 Rohstoffe und Vorprodukte

##### Zubereitung und Abbau von Ammoniummetawolframat (AMT).

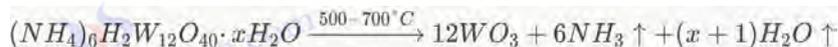
Ammoniummetawolframat (AMT, chemische Formel  $(\text{NH}_4)_6\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{40} \cdot x\text{H}_2\text{O}$ ) ist ein Kernvorprodukt für die Herstellung von  $\text{WO}_3$  und wird aufgrund seiner hohen Wasserlöslichkeit (Löslichkeit  $>1000$  g/L bei pH 5,5 bei 25 °C), seiner stabilen Polysäurestruktur und seiner kontrollierten thermischen Zersetzungseigenschaften häufig in Industrie und Laboren eingesetzt. Die Herstellung von AMT erfolgt in der Regel unter Verwendung von Natriumwolframat ( $\text{Na}_2\text{WO}_4$ ) als Ausgangsmaterial durch Prozesse wie Ionenaustausch, Ansäuerungskristallisation oder Lösungsmittlextraktion. Die gebräuchlichste Methode in der Industrie besteht darin, von der aus Wolframerz gewonnenen Natriumwolframatlösung zunächst durch Ansäuerung einen Wolframsäurefällung ( $\text{H}_2\text{WO}_4$ ) herzustellen. Der spezifische Prozessablauf sieht wie folgt aus:  $\text{Na}_2\text{WO}_4$ -Lösung (Konzentration 200-300 g/L, pH 8-9) wird langsam zu Salpetersäure ( $\text{HNO}_3$ , Konzentration 3-5 mol/L) gegeben, die Reaktionstemperatur wird auf 50-60°C geregelt, die Rührgeschwindigkeit beträgt 200-300 U/min, der pH-Wert wird auf 1-2 gesenkt und der gelbe  $\text{H}_2\text{WO}_4$ -Niederschlag wird erzeugt. Die Reaktionsgleichung lautet:  $\text{Na}_2\text{WO}_4 + 2\text{HNO}_3 \rightarrow \text{H}_2\text{WO}_4\downarrow + 2\text{NaNO}_3$ . Der  $\text{Na}_2\text{WO}_4 + 2\text{HNO}_3 \rightarrow \text{H}_2\text{WO}_4\downarrow + 2\text{NaNO}_3$ -Niederschlag wird filtriert, gewaschen (mit deionisiertem Wasser auf pH 4-5 gewaschen), um Reste von  $\text{Na}^+$  und  $\text{NO}_3^-$  zu entfernen, und dann bei 80-90°C getrocknet, um  $\text{H}_2\text{WO}_4$ -Pulver mit einer Reinheit von etwa 98%-99% zu erhalten.

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Anschließend reagiert  $H_2WO_4$  mit Ammoniak ( $NH_4OH$ , 25%-28%) zu AMT. Die Prozessbedingungen sind wie folgt: In einem 500-Liter-Edelstahlreaktor werden 100 kg  $H_2WO_4$  zu 200-300 l deionisiertem Wasser gegeben, Ammoniak (ca. 50-60 l) wird unter Rühren langsam tropfenweise zugegeben, die Tröpfchenbeschleunigung wird auf 1-2 l/min geregelt, die Reaktionstemperatur wird bei 70-90 °C gehalten und der pH-Wert wird auf 6,0-7,0 eingestellt. Während der Reaktion löst sich  $H_2WO_4$  allmählich auf, um eine transparente AMT-Lösung zu bilden, und die Reaktion verläuft wie folgt:

$12H_2WO_4 + 6NH_4OH \rightarrow (NH_4)_6H_2W_{12}O_{40} \cdot xH_2O + (12-x)H_2O$   
 $12H_2WO_4 + 6NH_4OH \rightarrow (NH_4)_6H_2W_{12}O_{40} \cdot xH_2O + (12-x)H_2O$   
 Lösung, die auf 20-30 °C abgekühlt und 12-24 Stunden stehen gelassen wurde, AMT fiel als weiße Kristalle aus und das fertige Produkt wurde durch Zentrifugation (3000-4000 U/min) erhalten, Waschen (2-3 Mal mit kaltem Wasser waschen) und Trocknen (80°C, 6-8 Stunden). AMT hat typischerweise einen Gehalt an kristallinem Wasser (x) von 4-6, einen Wolframgehalt (in  $WO_3$ ) von 89 %-91 % und eine Reinheit von 99,5 %, mit häufigen Verunreinigungen wie  $Na^+$  (<0,02 %) und  $Fe^{3+}$  (<0,01 %).

Die thermische Zersetzung von AMT ist ein kritischer Schritt bei der Herstellung von  $WO_3$  und wird typischerweise bei 500-700 °C in einer Luftatmosphäre durchgeführt. Der Zersetzungsprozess ist in drei Stufen unterteilt: (1) bei 100-200°C geht das kristalline Wasser verloren, die Masse geht um etwa 5%-7% verloren und es entsteht eine amorphe Zwischenphase; (2) Bei 300-400°C werden  $NH_3$  und etwas Strukturwasser freigesetzt, und der Massenverlust beträgt etwa 3%-4%, wodurch  $WO_3 \cdot H_2O$  oder hexagonales  $WO_3$ ; (3) Bei 500-700 °C wird es vollständig deaminiert und in die monokline Phase  $WO_3$  kristallisiert, und der Gesamtmassenverlust beträgt etwa 10 % bis 12 %. Die Reaktionsformel lautet:  
 $(NH_4)_6H_2W_{12}O_{40} \cdot xH_2O \xrightarrow{500-700^\circ C} 12WO_3 + 6NH_3 \uparrow + (x+1)H_2O \uparrow$



Mittels thermogravimetrischer Analyse (TG) und dynamischer Differenzkalorimetrie (DSC) traten die Zersetzungsspitzen bei 150 °C (Dehydratisierung), 350 °C (Desaminierung) bzw. 550 °C (Kristallisation) auf, mit Enthalpieänderungen von 50-60 kJ/mol, 30-40 kJ/mol bzw. 10-15 kJ/mol in jeder Phase. Das Zersetzungsprodukt  $WO_3$  hat eine Reinheit von 99,9 %, eine Partikelgröße von 4-10 µm und eine überwiegend monokline kristalline Phase (XRD-Peaks  $2\theta = 23,1^\circ, 23,6^\circ$ ). Wenn die Temperatur zu hoch ist (>750°C), kann  $WO_3$  sublimieren und die Verlustrate kann auf 5%-10% ansteigen.

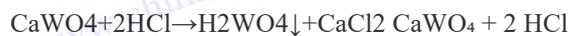
### Wolframsäure ( $H_2WO_4$ ) und Wolframerz

Wolframsäure ( $H_2WO_4$ ) ist ein weiterer häufig verwendeter Vorläufer, der in der Regel direkt aus Wolframerz oder als Zwischenprodukt bei der Herstellung von AMT gewonnen wird. Zu den Wolframerzen gehören Wolframit ( $FeMnWO_4$ ), Scheelit ( $CaWO_4$ ) und Sekundärerze (wie Wolfram  $WO_3 \cdot nH_2O$ ), wobei China bei den Reserven weltweit führend ist (etwa 60 %). Bei der industriellen Extraktion kommen alkalische oder saure Verfahren zum Einsatz. Der alkalische Prozess läuft wie folgt ab: Wolframitpulver (Partikelgröße 100-200 µm) und Natronlauge ( $NaOH$ , Konzentration 30%-40%) werden in einem Hochdruckreaktor bei einem Massenverhältnis von 1:2 gemischt. Die Reaktionsbedingungen sind 140-160°C, Druck 5-10 atm, Rühren 300-500 U/min und Reaktion für 4-6 Stunden:  
 $FeMnWO_4 + 2NaOH \rightarrow Na_2WO_4 + Fe(OH)_2 \downarrow + Mn(OH)_2 \downarrow$

### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT



Die Reaktionslösung wird filtriert, um  $\text{Fe}(\text{OH})_2$ - und  $\text{Mn}(\text{OH})_2$ -Ausfällungen zu entfernen, und das Filtrat wird mit  $\text{HNO}_3$  auf pH 1-2 angesäuert, um  $\text{H}_2\text{WO}_4$ -Fällung zu erzeugen. Der Säureprozess verwendet konzentriertes  $\text{HCl}$  (6 mol/L), um Scheelit direkt zu zersetzen:



Das Produkt wird filtriert, gewaschen (deionisiertes Wasser, das auf einen pH-Wert von 4-5 gewaschen wird), getrocknet (100 °C, 8-12 Stunden) und die Reinheit erreicht 98 % bis 99 % und enthält etwa 0,1 % bis 0,5 % Verunreinigungen wie Si und P.

$\text{H}_2\text{WO}_4$  kann direkt geröstet werden (600-700°C, Luft, 2-4 Stunden), um  $\text{WO}_3$  mit einer Ausbeute von 85%-90% und einer Partikelgröße von 5-15  $\mu\text{m}$  herzustellen. Für eine höhere Reinheit kann  $\text{H}_2\text{WO}_4$  in Ammoniak gelöst und zu 99,5 % rekristallisiert werden. In diesem Abschnitt wird die Rohstoffbasis für die  $\text{WO}_3$ -Produktion und ihre Prozessvielfalt erläutert, indem die Herstellung und Herkunft von AMT und  $\text{H}_2\text{WO}_4$  detailliert beschrieben wird.

#### 4.2 Industrielles Herstellungsverfahren für gelbes Wolframoxid ( $\text{WO}_3$ ).

##### Industrielle Herstellung von gelbem Wolframoxid ( $\text{WO}_3$ ) - Röstverfahren (500-700°C).

Das Rösten ist das Mainstream-Verfahren für die industrielle Herstellung von  $\text{WO}_3$ , das aufgrund seiner ausgereiften Ausrüstung, seiner einfachen Bedienung und seiner hohen Leistung weit verbreitet ist, in der Regel unter Verwendung von Ammoniummetawolframat (AMT) oder Wolframsäure ( $\text{H}_2\text{WO}_4$ ) als Rohstoffe, und in Hochtemperaturanlagen wie Drehrohröfen, Schubplattenöfen oder Kammeröfen durchgeführt wird. Kern des Prozesses ist die Umwandlung des Vorläufers in gelbes  $\text{WO}_3$ -Pulver durch Pyrolyse und Oxidation, das sich für die Großproduktion mit einer Jahresproduktion von 10.000 Tonnen eignet. Im Folgenden werden der Prozessablauf, die Anlagenparameter, der Reaktionsmechanismus, die Qualitätskontrolle und die Einflussfaktoren im Detail beschrieben.

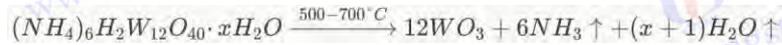
##### Der industrielle Produktions-Röstprozess und der Röstprozess der Ausrüstung von gelbem Wolframoxid ( $\text{WO}_3$ )

umfassen drei Stufen: Rohstoffvorbehandlung, Röstung und Zersetzung sowie Produktsammlung. Am Beispiel von AMT sieht der Prozessablauf wie folgt aus: Zunächst werden 100 kg AMT (mit  $\text{WO}_3$  90%, Feuchtigkeit <1%, Partikelgröße 50-100  $\mu\text{m}$ ) vorbehandelt und in einem Ofen bei 100°C für 4-6 Stunden getrocknet, um sicherzustellen, dass der Feuchtigkeitsgehalt auf unter 0,5% reduziert wird, um eine Agglomeration während der Röstung zu vermeiden. Anschließend wird der AMT mit einer Drehzahl von 1-2 U/min in einen Drehrohröfen (Durchmesser 1,5-2 m, Länge 10-15 m, Neigungswinkel 2°-3°, ausgekleidet mit feuerfesten Steinen oder Tonerdekeramik) verladen und durch elektrische Heizung (Leistung 200-300 kW) oder Gas (Erdgas, Heizwert 8500 kcal/m<sup>3</sup>) beheizt. Die Rösttemperatur wird auf 500-700°C geregelt, trockene Luft (Luftfeuchtigkeit <10%, Durchflussmenge 100-200 m<sup>3</sup>/h, Druck 0,1-0,2 MPa), Haltezeit 2-4 Stunden. Das Produkt  $\text{WO}_3$  wird durch den Ofenschwanzauslass aufgefangen und das Abgas wird durch das Entstaubungs- und Absorptionssystem aufbereitet und

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

abgeführt.

**Industrielle Produktion-Rösten von Gelbwolframoxid (WO<sub>3</sub>) Reaktionsmechanismus und Temperatur** Segmentiertes AMT durchläuft während des Röstprozesses eine mehrstufige Zersetzungsreaktion, um schließlich ein monoklines Phasen-WO<sub>3</sub> zu bilden. Die Reaktionsformel lautet:



Die Zerlegung wird in drei Stufen unterteilt:

#### 100-200°C (Dehydratisierungsphase)

AMT verliert kristallines Wasser (x = 4-6) und verliert 5%-7% Masse, was zu einer amorphen Interphase führt. Bei der TG-Analyse liegt die Wasserverlustspitze bei 150 °C und die Enthalpieänderung bei 50-60 kJ/mol. Wird die Feuchtigkeit nicht vollständig entfernt, kann es zu einer ungleichmäßigen Zersetzung kommen.

#### 300-400°C (Desaminierungsphase)

NH<sub>3</sub> und teilweise strukturiertes Wasser werden freigesetzt, mit einem Massenverlust von 3%-4%, wodurch WO<sub>3</sub>·H<sub>2</sub>O oder hexagonales WO<sub>3</sub> (XRD-Peak 2θ = 13,9°). DSC zeigt einen endothermen Peak bei 350°C und eine Enthalpieänderung von 30-40 kJ/mol. Der Luftstrom sollte ausreichend sein (>100 m<sup>3</sup>/h), um NH<sub>3</sub> zu entfernen und einen Druckanstieg im Ofen zu vermeiden.

#### 500-700°C (Kristallisationsstufe)

Die vollständige Desaminierung und Oxidation führte zu einer monoklinen Phase WO<sub>3</sub> (XRD-Peaks 2θ = 23,1°, 23,6°, 24,4°) und einer Stabilisierung des Massenverlusts auf insgesamt 10%-12%. Das monokline Phasenverhältnis beträgt 90 % bei 550 °C und steigt bei 650 °C auf 98 %, und die Körner wachsen bei 700 °C auf 10-15 µm. Die Kristallisationsenthalpie ändert sich um 10-15 kJ/mol.

### Prozessparameter und Einflussfaktoren des gelben Wolframoxids (WO<sub>3</sub>) in der industriellen Produktion-Röstung.

#### Temperaturregelung

Die Temperatur ist der Kernparameter der Röstmethode. Die Zersetzungsrate beträgt 85 %-90 % bei 500 °C und die verbleibende WO<sub>3</sub>·H<sub>2</sub>O oder hexagonale Phase (Umwandlungsrate <90%); Bei 550 °C dominierte die monokline Phase, und die Zersetzungsrate betrug >95 %; 99,9 % Reinheit bei 600 °C mit einer Partikelgröße von 4-8 µm; Bei 700 °C wird die Gleichmäßigkeit des Korns erhöht (D50 ≈ 6-10 µm), der Sublimationsverlust steigt jedoch auf 5 %-10 % und der WO<sub>3</sub>-Gehalt im Abgas beträgt 0,1-0,2 g/m<sup>3</sup>. Wenn die Temperatur zu niedrig ist (<450°C), beträgt der Anteil der Restzwischenphase bis zu 20%-30%, was sich auf die Produktqualität auswirkt; Wenn sie zu hoch ist (>750 °C), beträgt die Sublimationsrate 0,05-0,1 g/min·cm<sup>2</sup> und die Verlustrate mehr als 10 %.

#### Luftstrom

Luft wirkt als Oxidationsmittel und Trägergas mit der besten Zersetzungsrate bei einer Durchflussrate von 150 m<sup>3</sup>/h, und die NH<sub>3</sub>-Emissionskonzentration wird auf 50-100 mg/m<sup>3</sup> reduziert; Bei einer Durchflussmenge von <50 m<sup>3</sup>/h baut sich NH<sub>3</sub> auf und der Ofendruck steigt auf 0,3 MPa, was zur Korrosion der Anlage führen kann.

#### Warmhaltezeit

95 % Zersetzungsrate in 2 Stunden, 98 % in 3 Stunden und vollständige Umwandlung in 4 Stunden.

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Verlängert auf 6 Stunden erhöht sich die Partikelgröße auf 12-15 µm, aber der Energieverbrauch steigt um 20% (ca. 1 kWh/kg).

#### **Eigenschaften des Rohmaterials**

AMT zersetzt sich gleichmäßig bei einer Partikelgröße von 50-100 µm, und bei 200 µm > wird die interne Feuchtigkeitsabgabe behindert und die Umwandlungsrate auf 90 % reduziert.

#### **Industrielle Herstellung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Rösten Qualitätskontrolle und -analyse**

Das Produkt WO<sub>3</sub> ist ein gelbes Pulver mit einer Ausbeute von ca. 90 kg/100 kg AMT, einer Umwandlungsrate von >98% und einer Reinheit von 99,9%-99,95%. Zu den Qualitätstests gehörten: (1) XRD-Bestätigung der kristallinen Phase mit einem monoklinen Phasen-Peak-Intensitätsverhältnis ((002)/(020)) von ca. 1:0,9, (2) REM-Bestimmung der Partikelgrößenverteilung, D10 = 2-3 µm, D50 = 6-8 µm, D90 = 10-12 µm; (3) ICP-AES-Nachweis von Verunreinigungen, Na<sup>+</sup> <0,005 %, Fe<sup>3+</sup> <0,002 %; (4) Die mit der BET-Methode gemessene spezifische Oberfläche beträgt 5-15 m<sup>2</sup>/g. Falldaten: Eine Fabrik hat eine Jahresproduktion von 5.000 Tonnen WO<sub>3</sub>, eine Röstofenleistung von 250 kW, einen AMT-Verbrauch von 1,1 Tonnen/Tonne WO<sub>3</sub>, einen Energieverbrauch von 5-7 kWh/kg und eine Ausbeute von 98,5 %.

#### **Ausrüstungsanforderungen und Wartung für die industrielle Produktion von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Röstrohröfen**

müssen gegen hohe Temperaturen (>1000 °C) und NH<sub>3</sub>-Korrosion beständig sein und mit Materialien wie Aluminiumoxidkeramik (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Gehalt >95 %) oder 316L-Edelstahl (Cr 18 %, Ni 10 %) mit einer Lebensdauer von 5-10 Jahren ausgekleidet sein. Das Heizelement besteht aus einem Silizium-Molybdän-Stab (MoSi<sub>2</sub>, maximale Temperatur 1700 °C) oder einer Gasdüse, und die jährlichen Wartungskosten betragen etwa 10-200.000 Yuan (Austausch der Auskleidung und Überholung des Motors). Am Ende des Ofens ist eine Kühlvorrichtung (wassergekühlter Mantel mit einer Durchflussmenge von 2-3 m<sup>3</sup>/h) installiert, um die Austrittstemperatur auf 100-150°C zu senken und ein Anhaften von WO<sub>3</sub> an der Wand zu vermeiden.

#### **Industrielle Herstellung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) – Bei der Abgasnachbehandlung durch Rösten und**

umweltfreundlichem Rösten entstehen NH<sub>3</sub> (5-15 g/m<sup>3</sup>), H<sub>2</sub>O und Spuren von WO<sub>3</sub>-Staub (0,1-0,5 g/m<sup>3</sup>). Das Abgasbehandlungssystem umfasst: (1) Wasserwaschturm (Durchmesser 1,5 m, Höhe 10 m, Sprühvolumen 5-10 m<sup>3</sup>/h), NH<sub>3</sub>-Absorptionsrate 90%-95%, Abwasserammoniakstickstoff reduziert auf 0,5-1 g/L; (2) Schlauchfilter (Filterfläche 50 m<sup>2</sup>, Wirkungsgrad 99%), WO<sub>3</sub>-Staubemission <30 mg/m<sup>3</sup>; (3) NH<sub>3</sub> wurde im Ammoniakdestillationsturm (Druck 0,2 MPa, Temperatur 90 °C) mit einer Rückgewinnungsrate von >93 % zurückgewonnen und für die AMT-Aufbereitung recycelt. Das Abwasser wird neutralisiert (Ca(OH)<sub>2</sub>, pH 7-8) und gemäß GB 8978-1996 eingeleitet.

#### **Die Vor- und Nachteile des industriellen Produktionsröstverfahrens von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>)**

sind ausgereifte Technologie (mehr als 50 Jahre Technologieanwendung), universelle Ausrüstung (die Jahresproduktion des Drehrohröfens kann 1-20.000 Tonnen erreichen), hohe Ausbeute (>98%) und

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

niedrige Kosten (ca. 200-300 Yuan/kg  $WO_3$ ); Die Nachteile sind der hohe Energieverbrauch (5-7 kWh/kg, 50% höher als bei der nasschemischen Methode), der hohe Sublimationsverlust bei hohen Temperaturen (5%-10%) und die komplexe Abgasbehandlung (Investition von ca. 1 Million bis 1,5 Millionen Yuan). Das Röstverfahren eignet sich für die großindustrielle Produktion, wie z.B. keramische Pigmente und Wolframpulver-Rohstoffe. In diesem Abschnitt wird die zentrale Rolle des Röstverfahrens in der  $WO_3$ -Produktion anhand der Prozessdetails verdeutlicht.

### **Industrielle Herstellung von gelbem Wolframoxid ( $WO_3$ ) - Wasserstoff-Reduktionsverfahren (indirekte Aufbereitung von $WO_3$ ).**

Das Wasserstoffreduktionsverfahren ist ein industrielles Verfahren zur indirekten Aufbereitung von  $WO_3$  durch eine zweistufige Reaktion: Zuerst wird  $WO_3$  mit Wasserstoff zu Wolframmetall (W) reduziert, dann wird Wolframpulver in Sauerstoff wieder zu  $WO_3$  oxidiert. Dieses Verfahren eignet sich besonders für Szenarien, die ultrahochreines  $WO_3$  erfordern, wie z. B. in der Halbleiterindustrie oder bei der Herstellung hochpräziser optischer Materialien, da es effektiv Spuren von Verunreinigungen (z. B. Fe, Mo, Na) aus Rohstoffen entfernt. Der Prozess ist komplex und der Energieverbrauch hoch, aber die Produktqualität ist hervorragend.

#### **Schritt 1: Der Prozess der Wasserstoffreduktion zur Herstellung von Wolframpulver**

wird in einem horizontalen Rohrofen oder einem mehrstufigen Reduktionsofen durchgeführt. Bei 50 kg  $WO_3$  (99,5 % Reinheit, Partikelgröße 5-10  $\mu m$ ) wird das Rohmaterial in ein Quarzschiffchen (1 m lang, 0,3 m breit, 0,1 m tief) oder eine Edelstahlwanne geladen und in einen Ofen gestellt. Der Ofenkörper besteht aus einer hochtemperaturbeständigen Legierung (z. B. Inconel 600) und ist mit Quarz oder Aluminiumoxid ausgekleidet, um eine Metallkontamination zu verhindern. Hochreiner Wasserstoff ( $H_2$ , Reinheit 99,999 %,  $O_2 < 1$  ppm, Durchflussmenge 1-2 L/min, Druck 0,1-0,2 MPa) wurde eingeführt und die Temperatur auf 800-1000 °C erhöht, und die Temperaturregelung wurde in drei Stufen unterteilt: (1) 500-600 °C und Vorreduktion zur Erzeugung von  $WO_{29}$  oder  $WO_{2272}$ , 1-2 Stunden warm halten, Qualitätsverlust beträgt etwa 3%-5%; (2) 700-850 °C, weiter reduziert auf  $WO_2$ , 2-3 Stunden inkubiert, Massenverlust auf 10 %-12 % erhöht; (3) 900-1000 °C, vollständig zu metallischem Wolfram reduziert, 3-5 Stunden warm halten. Die Reaktionsformel lautet:  $WO_3 + 3H_2 \rightarrow W + 3H_2O$ . Der Reduktionsprozess erfordert kontrollierte  $H_2$ -Strömungs- und Temperaturgradienten, um eine Verflüchtigung von  $WO_3$  oder die Bildung von Cooxiden durch zu schnelle Reduktion zu vermeiden. Überwachung der Ofenatmosphäre ( $O_2$ -Gehalt  $< 10$  ppm), Abgas  $H_2O$  wird durch einen Kondensator zurückgewonnen (Kühlwassertemperatur 5-10°C), Wassergehalt wird auf  $< 0,1$  g/m<sup>3</sup> reduziert, nicht umgesetztes  $H_2$  wird durch den Brenner behandelt (Zündtemperatur 600°C) und abgeführt. Bei dem Produkt handelte es sich um graues Wolframpulver mit einer Partikelgröße von 2-5  $\mu m$  ( $D_{50} \approx 3 \mu m$ ), einer Umwandlungsrate von  $> 99$  % und einem Restsauerstoffgehalt von  $< 0,01$  % (bestimmt durch Sauerstoff- und Stickstoffanalysator). Wenn die  $H_2$ -Durchflussrate unzureichend ist ( $< 0,5$  l/min), kann  $WO_2$  verbleiben (XRD-Peak  $2\theta = 37,8^\circ$ ) und die Reinheit sinkt auf 98%.

#### **Schritt 2: Vorbereitung der Oxidation Die**

Wolframpulveroxidation wird in einem Kammerofen oder Drehrohrföfen durchgeführt. 40 kg

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

Wolframpulver wurden in einen Aluminiumoxidtiegel (Fassungsvermögen 50 l), trockene Luft (Luftfeuchtigkeit <10 %, Durchflussmenge 0,5-1 l/min) oder reines O<sub>2</sub> (99,99 %, Durchflussmenge 0,3-0,8 l/min), Temperatur auf 600-700 °C gegeben und 2-4 Stunden isoliert. Die Oxidationsreaktion ist:  $W + 3/2 O_2 \rightarrow WO_3$ . Die Temperaturkontrolle ist entscheidend: Die Oxidationsrate bei 600°C beträgt etwa 0,05 g/min·cm<sup>2</sup>, was zu einer monoklinen Phase WO<sub>3</sub> führt (XRD-Peak 2θ = 23,6°); Bei 650 °C stieg die Geschwindigkeit auf 0,08 g/min·cm<sup>2</sup> und die Kristallinität zu. Die Körner wachsen bei 700°C auf 5-8 µm. Wenn die Temperatur unter 550 °C liegt, ist die Oxidation unvollständig und der Restwolframgehalt steigt auf 0,5 % bis 1 %; Oberhalb von 750 °C liegen die WO<sub>3</sub>-Sublimationsverluste zwischen 3 % und 5 %. Der Partialdruck von O<sub>2</sub> in der Atmosphäre sollte bei 0,2-1 atm gehalten werden, um die Bildung von WO<sub>2.9</sub> (blau, Sauerstoffleerstand 10<sup>18</sup> cm<sup>-3</sup>) zu vermeiden. Das Produkt ist gelbes WO<sub>3</sub> mit einer Reinheit von 99,99 %, einer Partikelgröße von 3-6 µm (D50 ≈ 4 µm) und einer spezifischen Oberfläche von 5-10 m<sup>2</sup>/g.

**Industrielle Produktion von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Prozessparameter und Qualitätskontrolle des Wasserstoffreduktionsverfahrens** Zu den Schlüsselparametern des Wasserstoffreduktionsverfahrens gehören H<sub>2</sub>-Reinheit, Durchflussrate und Reduktionstemperatur. Enthält H<sub>2</sub> O<sub>2</sub> > 5 ppm, ist die Oberfläche von Wolframpulver leicht oxidierbar und die Reinheit von WO<sub>3</sub> wird auf 99,9 % reduziert. Die Zerkleinerungsrate ist bei einer Durchflussrate von 1,5 l/min am besten, eine zu hohe (>3 l/min) verschwendet Gas und eine zu niedrige (<1 l/min) verlängert die Reaktionszeit (6-8 Stunden). Der O<sub>2</sub>-Fluss während der Oxidationsphase beeinflusst die kristalline Phase, wobei 0,5 l/min eine monokline Phase und eine kleine Anzahl tetragonaler Phasen bei 1 l/min bildet (XRD-Peak 2θ = 32,5°). Für die Qualitätskontrolle wurde ICP-AES zur Detektion von Verunreinigungen (Fe < 0,001 %, Na < 0,0005 %) und REM zur Analyse der Partikelgrößenverteilung eingesetzt. Falldaten: Eine Anlage produziert 100 Tonnen hochreines WO<sub>3</sub> pro Jahr, verbraucht 15 m<sup>3</sup>/Tonne H<sub>2</sub>, verbraucht 10 m<sup>3</sup>/Tonne O<sub>2</sub> und verbraucht 10-12 kWh/kg.

**Vor- und Nachteile der industriellen Herstellung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Wasserstoffreduktionsverfahren,**

dessen Vorteile eine hohe Reinheit (>99,99%) sind, geeignet für High-End-Anwendungen; Die Nachteile sind der komplexe Prozess (zweistufige Reaktion), der hohe Energieverbrauch (50%-70% höher als bei der Röstmethode) und strenge Anforderungen an die Ausrüstung (explosionsschutz Konstruktion, Investition von ca. 200-3 Millionen Yuan/Jahresproduktion von 100 Tonnen). Die Abgasnachbehandlung erfordert den Einbau eines H<sub>2</sub>-Rückgewinnungssystems (Rückgewinnungsrate von 80 % bis 90 %), um die Kosten zu senken. In diesem Abschnitt wird der einzigartige Wert der Wasserstoffreduktion bei der Herstellung von hochreinem WO<sub>3</sub> anhand der Prozessdetails veranschaulicht.

**Industrielle Herstellung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - nasschemisches Verfahren (Fällung und Wärmebehandlung).**

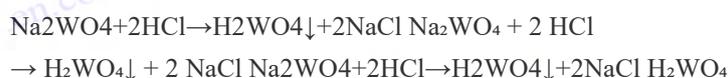
Das nasschemische Verfahren ist die Herstellung von WO<sub>3</sub> durch chemische Reaktion der Lösung und

**COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**

anschließende Wärmebehandlung, die sich durch einfache Ausrüstung und flexibles Verfahren auszeichnet und für die Produktion in kleinem und mittlerem Maßstab (50-500 Tonnen pro Jahr) geeignet ist. Der Prozess gliedert sich in zwei Stufen: Fällung und Wärmebehandlung, wobei  $\text{Na}_2\text{WO}_4$  oder Wolframsäure als Rohstoff verwendet wird, Ansäuern zur Erzeugung von  $\text{H}_2\text{WO}_4$ -Niederschlag und anschließend thermische Zersetzung in  $\text{WO}_3$ .

### Schritt 1: Der $\text{H}_2\text{WO}_4$ -

Fällungsprozess wird in einem Schmelzreaktor (Volumen 500-1000 L, säurebeständige Auskleidung) durchgeführt. Nehmen Sie 200 l  $\text{Na}_2\text{WO}_4$ -Lösung (Konzentration 250-300 g/L, enthält  $\text{WO}_3$  ca. 200 g/L, pH 8-9), erhitzen Sie auf 40-50 °C, rühren Sie 300-500 U/min, fügen Sie langsam Salzsäure hinzu (HCl, Konzentration 1-2 mol/L, ca. 100-120 L), Tropfenbeschleunigung 1-2 L/min, Reaktionszeit 2-3 Stunden, pH-Wert sinkt allmählich auf 1-2. Die Reaktionsformel lautet:



Als gelber Niederschlag mit einer Partikelgröße von 10-20  $\mu\text{m}$  (initial) ausgefällt. Die Tröpfchenbeschleunigung muss kontrolliert werden, um ungleichmäßige Niederschläge zu vermeiden, die durch einen zu hohen lokalen Säuregehalt verursacht werden. Wird die HCl-Konzentration auf 3 mol/L erhöht, erhöht sich die Fällungsrate um 20 % (0,1 g/min·cm<sup>2</sup>), die Partikelgröße sinkt jedoch auf 5-10  $\mu\text{m}$ . Die Temperatur beeinflusst die Fällungsausbeute, die bei 40 °C 90 % beträgt, bei 50 °C auf 95 % ansteigt, die Löslichkeit bei 60 °C erhöht und auf 85 % abnimmt. Nach Abschluss der Fällung wurde dieser mit einer Platten- und Rahmenfilterpresse (Filtrationsfläche 10 m<sup>2</sup>, Druck 0,5 MPa) abgetrennt und der Filterkuchen 3-5 Mal mit 500-800 L deionisiertem Wasser gewaschen, bis der Cl<sup>-</sup>-Gehalt <0,01 % (Silbernitrat) und Na<sup>+</sup> <0,02 % (ICP-AES) betrug. Die Waschwassertemperatur wird auf 20-30°C geregelt, um eine Auflösung von  $\text{H}_2\text{WO}_4$  zu vermeiden. Der Filterkuchen wurde 12-16 Stunden lang bei 100°C im Ofen getrocknet und die Feuchtigkeit auf <0,5 % reduziert, was zu  $\text{H}_2\text{WO}_4$ -Pulver mit einer Reinheit von 98 %-99 % und etwa 0,1 % Si- und P-Verunreinigungen führte.

**Schritt 2: Wärmebehandlung zur Erzeugung von  $\text{WO}_3$**  Wärmebehandlung in einem Kammerofen oder Tunnelofen zur Erzeugung von  $\text{WO}_3$ . 50 kg  $\text{H}_2\text{WO}_4$  wurden in eine Aluminiumoxidwanne (1 m lang, 0,5 m breit, 0,1 m tief) gegeben, trockene Luft (Luftfeuchtigkeit <10%, Durchflussmenge 50-100 m<sup>3</sup>/h) in den Ofen eingeleitet, Die Temperatur wurde auf 400-600°C angehoben und die Temperatur 2-4 Stunden lang warm gehalten. Die Reaktion ist:  $\text{H}_2\text{WO}_4 \rightarrow \text{WO}_3 + \text{H}_2\text{O} \uparrow$

Wärmebehandlungsstufen: (1) 200-300°C, Verlust von strukturiertem Wasser, Massenverlust von 7%-8%, Erzeugung von  $\text{WO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ; (2) Bei 400-500 °C wird das Wasser vollständig entfernt, um amorphes  $\text{WO}_3$  zu erzeugen; (3) Bei 550-600°C Kristallisation zur monoklinen Phase  $\text{WO}_3$  (XRD-Peak  $2\theta = 23,1^\circ, 24,4^\circ$ ). Die TG-Analyse zeigte einen Massenverlust von 8,5 % bei 400 °C und stabil bei 600 °C. Temperaturgesteuerte Partikelgrößen- und Phasenregelung: 5-8  $\mu\text{m}$   $\text{WO}_3$  bei 400°C mit einem hexagonalen Phasenverhältnis von 20%-30%; 8-12  $\mu\text{m}$   $\text{WO}_3$  wurde bei 500 °C mit monokliner Phase >80 %; 10-15  $\mu\text{m}$   $\text{WO}_3$  wurden bei 600 °C mit einer monoklinen Phase von >95 % erzeugt. Der Luftdurchsatz beeinflusst den Oxidationsgrad mit einer Umwandlungsrate von 95 % bei 50 m<sup>3</sup>/h und 99 % bei 100 m<sup>3</sup>/h. Ist die Temperatur zu hoch (>650 °C), geht ein  $\text{WO}_3$ -Sublimationsverlust von 2 %-5 %

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

verloren, und das Abgas muss durch einen Zyklon zurückgewonnen werden (Wirkungsgrad 90 %).

### **Industrielle Produktion von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Zu den wichtigsten Parametern des nasschemischen Prozesses und der Qualitätskontrolle**

gehören die Säurekonzentration, die Ausfällungstemperatur und die Bedingungen der Wärmebehandlung. HCl 1 mol/L ergibt größeres H<sub>2</sub>WO<sub>4</sub> (15-20 μm) und 2 mol/l erzeugt eine kleinere Partikelgröße (5-10 μm). Die Ausbeute war bei einem pH-Wert von 1,5 (96 %) am höchsten und die Verunreinigungen (Cl<sup>-</sup>) nahmen bei einem pH-Wert von <1 zu. Die optimale Balance beträgt 550 °C und 3 Stunden Wärmebehandlung mit einer Reinheit von 99,5 % und einer Partikelgröße von 10-12 μm. Die Qualitätskontrolle erfolgte durch Titration des WO<sub>3</sub>-Gehalts (Fehler <0,1 %), der Topographie durch REM und der durch ICP-AES nachgewiesenen Verunreinigungen (Na<sup>+</sup> <0,01 %, Cl<sup>-</sup> <0,005 %). Falldaten: Eine Jahresproduktion von 200 Tonnen WO<sub>3</sub> hat einen HCl-Verbrauch von 0,8 m<sup>3</sup>/Tonne, einen Wasserverbrauch von 5 m<sup>3</sup>/Tonne und einen Energieverbrauch von 3-4 kWh/kg.

### **Vor- und Nachteile der industriellen Produktion von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - nasschemische Analyse**

Die Vorteile sind einfache Ausrüstung (Investition von 50-1 Million Yuan / Jahresproduktion von 100 Tonnen), flexibler Prozess, geeignet für die Anpassung kleiner Chargen (z. B. Pigmentqualität WO<sub>3</sub>); Die Nachteile sind die große Abfallmenge (1-2 m<sup>3</sup>/t WO<sub>3</sub>, enthält NaCl 50-100 g/L), die Notwendigkeit einer Neutralisationsbehandlung (Ca(OH)<sub>2</sub> bis pH 7, Kosten 50-80 Yuan/m<sup>3</sup>), das Abgas H<sub>2</sub>O und Spuren HCl müssen durch den Absorptionsturm behandelt werden (Packungshöhe 5 m). In diesem Abschnitt wird die Anwendbarkeit für die Produktion in kleinem und mittlerem Maßstab demonstriert, indem der Prozess der Nasschemie detailliert beschrieben wird.

### **4.3 Laborsynthese von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>).**

#### **Laborsynthese von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - hydrothermales Verfahren**

Das hydrothermale Verfahren wird zur Synthese von Nano-WO<sub>3</sub> in einem Hochdruckreaktor verwendet, wobei in der Regel Na<sub>2</sub>WO<sub>4</sub> als Rohstoff verwendet wird. Der experimentelle Prozess ist wie folgt: 10 g Na<sub>2</sub>WO<sub>4</sub> werden in 50 mL deionisiertem Wasser gelöst, HCl (6 mol/L, 10-15 mL) wird hinzugefügt, um den pH-Wert auf 1-2 einzustellen, ein Reduktionsmittel (z. B. 5 mL Ethanol oder 1 g Oxalsäure) wird hinzugefügt und nach 30-minütigem Rühren in einen 100 mL Polytetrafluorethylenausgekleideten Reaktor überführt. Versiegelt und in einen Ofen gestellt, 12-24 Stunden lang bei 180-200°C und einem Druck von 10-20 atm umgesetzt. Das Produkt wird zentrifugiert (8000 U/min, 10 Minuten), gewaschen (Wasser und Ethanol jeweils 3 Mal) und getrocknet (80 °C, 6 Stunden), um WO<sub>3</sub> zu erhalten. Die Reaktion ist vereinfacht als:

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

Das Produkt ist hexagonal oder monokline WO<sub>3</sub> mit einer Partikelgröße von 20-50 nm,

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

einer spezifischen Oberfläche von 30-50 m<sup>2</sup>/g und einer kugel- oder stäbchenförmigen Morphologie (Länge 50-100 nm). Die hexagonale Phase (XRD-Peak 2θ = 13,9°) wird bei 180°C erzeugt, und die monokline Phase wird bei 200°C umgewandelt, mit einer Ausbeute von 90%-95%. Das hydrothermale Verfahren eignet sich für photokatalytische WO<sub>3</sub> (z. B. Wasserstoffproduktionsrate 0,9 mmol/h·g).

### Laborsynthesetechnik von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - solvothermales Verfahren

Bei der solvothermischen Methode werden organische Lösungsmittel verwendet, um die WO<sub>3</sub>-Morphologie zu manipulieren, wobei WCl<sub>6</sub> oder Na<sub>2</sub>WO<sub>4</sub> als Rohstoffe verwendet werden. Das experimentelle Verfahren war wie folgt: 5 g WCl<sub>6</sub> wurden in 50 mL Ethylenglykol gelöst, 1 Stunde lang gerührt, 10 mL Ethanol wurden hinzugefügt, in einen 100 mL Reaktor überführt und bei 200 °C für 6-12 Stunden umgesetzt. Das Produkt wurde zentrifugiert, gewaschen (3-mal Ethanol) und getrocknet (80 °C, 8 Stunden), um WO<sub>3</sub> mit einer Partikelgröße von 30-100 nm, einer Reinheit von 99 % und Morphologien zu erhalten, die von Stäbchen (80-150 nm lang, 20-30 nm breit), Flocken (10-20 nm dick) oder blumig (200-300 nm Durchmesser) reichen. Das Lösungsmittelverhältnis (z.B. Ethylenglykol:Ethanol = 4:1) steuert die Topographie mit Ausbeuten von 85%-90%. Das solvothermale Verfahren ist teurer (ca. 50-100 RMB/kg WO<sub>3</sub>), aber es ist in der Topographie hochgradig anpassbar und eignet sich für den Sensor WO<sub>3</sub>.

### Laborsynthese von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - mikrowellengestützte Synthese

Bei der mikrowellengestützten Synthese wird eine schnelle Mikrowellenerwärmung mit AMT oder Na<sub>2</sub>WO<sub>4</sub> als Rohstoffe verwendet. Der experimentelle Prozess war wie folgt: 10 g AMT wurden in 50 mL Wasser gelöst, HCl (3 mol/L, 10 mL) wurde hinzugefügt, um den pH-Wert auf 2-3 einzustellen, in einen Mikrowellenherd (800 W, Frequenz 2,45 GHz) gegeben und die Reaktion wurde 10-20 Minuten lang bei einer Temperatur von 150-180 °C durchgeführt. Das Produkt wurde zentrifugiert, gewaschen und getrocknet, um WO<sub>3</sub> mit einer Partikelgröße von 20-40 nm, einem monoklinen Phasenverhältnis von >95 % (XRD-Peak 2θ = 23,6°) und einer Ausbeute von >94 % zu erhalten. Das Mikrowellenverfahren hat einen geringen Energieverbrauch (ca. 0,5-1 kWh/kg) und eine Reaktionszeit von nur 1/10 des hydrothermalen Verfahrens, wodurch es für kleine Chargen hochreiner WO<sub>3</sub>-Präparation (z.B. Batterieelektroden, Kapazität 700 mAh/g) geeignet ist. Dieser Abschnitt zeigt die Verfeinerung und Effizienz der WO<sub>3</sub>-Synthese anhand von drei Labortechniken.

## 4.4 Optimierung der Prozessparameter der Laborsynthesetechnologie von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>).

### Einfluss von Temperatur, Atmosphäre, Zeit

Die Temperatur ist entscheidend für die WO<sub>3</sub>-Produktion. Bei der Röstmethode wird eine

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

hexagonale Phase bei 500 °C (XRD-Peak  $2\theta = 28,2^\circ$ ) erzeugt, eine monokline Phase wird in eine monokline Phase bei 550 °C umgewandelt, ein monoklines Phasenverhältnis von >98 % bei 650 °C und die Körner wachsen bei 700 °C auf 10-15  $\mu\text{m}$ . Beim hydrothermalen Verfahren wird bei 180°C eine hexagonale Phase gebildet, der Anteil der monoklinen Phase bei 200°C erhöht sich auf 80% und die Phase ist bei 220°C vollständig monokin ausgebildet. Die Atmosphäre beeinflusst die kristalline Phase und Reinheit, und der gelbe  $\text{WO}_3$  entsteht durch Rösten an der Luft, und der blaue  $\text{WO}_2$  kann durch die  $\text{H}_2$ -Atmosphäre (0,5 L/min) gebildet werden.<sup>9</sup> (Sauerstofflücke  $10^{18} \text{ cm}^{-3}$ ), die hexagonale Phase in  $\text{N}_2$  ist stabiler. Zeitgesteuerte Umwandlungsrate von 95 % in 2 Stunden Röstung, 99 % in 4 Stunden, 20 nm Partikelgröße in 12 Stunden Hydrotherm und 50 nm in 24 Stunden.

### **Laborsynthese von gelbem Wolframoxid ( $\text{WO}_3$ ) - Reinheits- und Partikelgrößenkontrolle**

Die Reinheit wird durch Rohstoffreinigung und Prozessoptimierung erreicht. AMT wurde mit einem Ionenaustauscherharz (kationisches Harz D001) behandelt, wobei  $\text{Na}^+$  auf 0,01 % und  $\text{Fe}^{3+}$  auf 0,005 % reduziert wurde. Während des Röstens wird feuchte Luft (Luftfeuchtigkeit 50%) zugeführt, um die Sublimation zu reduzieren, und die Reinheit steigt auf 99,95%. Die Partikelgrößenregelung hängt von der Temperatur und der Rührgeschwindigkeit ab, und das hydrothermale Verfahren erzeugt 20-30 nm  $\text{WO}_3$  bei 180 °C und Rühren bei 500 U/min und 50-70 nm im Stand. Das Röstverfahren ergibt 5-8  $\mu\text{m}$   $\text{WO}_3$  bei 600°C und einen Luftdurchsatz von 150  $\text{m}^3/\text{h}$ . In diesem Abschnitt werden die wissenschaftlichen Grundlagen für die  $\text{WO}_3$ -Qualitätskontrolle durch parametrische Analyse geschaffen.

### **4.5 Grüne Produktion und Abfallbehandlung zur Herstellung und Synthese von gelbem Wolframoxid ( $\text{WO}_3$ ).**

#### **Technologie zur Rückgewinnung von Ammoniumstickstoff zur Herstellung von gelbem Wolframoxid ( $\text{WO}_3$ ).**

$\text{NH}_3$  (Abgaskonzentration 5-15 g/L), das durch die AMT-Zersetzung freigesetzt wird, wird durch einen Ammoniak-Verdampfungsturm (1 m Durchmesser, 10 m Höhe, Packung mit keramischen Rasi-Ringen) zurückgewonnen. Prozessbedingungen: Dampfdruck 0,2-0,3 MPa, Temperatur 90-100 °C, Rückgewinnungsrate >93 %, Abfall von flüssigem Ammoniakstickstoff von 10 g/l bis 0,5 g/l, unter der Emissionsnorm (GB 8978-1996, < 15 mg/l). Das zurückgewonnene  $\text{NH}_3$  (20 %-25 % Konzentration) wird für die AMT-Aufbereitung recycelt, wodurch 50-70 kg Ammoniak pro Tonne  $\text{WO}_3$  eingespart werden.

#### **Energieverbrauchs- und Emissionsanalyse für die Herstellung und Synthese von gelbem Wolframoxid ( $\text{WO}_3$ ).**

Der Energieverbrauch beträgt 5-7 kWh/kg  $\text{WO}_3$  (elektrisch beheizter Ofen, 200 kW) für

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

die Röstmethode, 2-3 kWh/kg (Autoklav, 50 kW) für die hydrothermale Methode und den niedrigsten (0,5-1 kWh/kg) für die Mikrowellenmethode. Die CO<sub>2</sub>-Emissionen stammen hauptsächlich aus der Verbrennung von Brennstoffen, etwa 2-2,5 kg CO<sub>2</sub>/kg WO<sub>3</sub> (Kohleerhitzung) durch Rösten, 1-1,5 kg durch hydrothermale Methode und 0,8-1 kg durch Mikrowellenverfahren. Der WO<sub>3</sub>-Staub (0,1-0,5 g/m<sup>3</sup>) im Abgas wird mit einem Zyklonstaubsammler und Schlauchfilter behandelt und die Emissionskonzentration auf <30 mg/m<sup>3</sup> reduziert. Grüne Prozesse, wie z.B. Solarthermie, können den Energieverbrauch um bis zu 3 kWh/kg und CO<sub>2</sub> um bis zu 30 Prozent senken. Dieser Abschnitt zeigt den nachhaltigen Weg zur WO<sub>3</sub>-Produktion durch eine Analyse von Umwelttechnologien.

## Referenzen

- Lassner, E., & Schubert, W.-D. (1999). *Wolfram: Eigenschaften, Chemie, Technologie*. Springer.
- ZHANG Qiyun. (2010). *Wolframchemie und -technologie*. Presse für die metallurgische Industrie.
- LIU Yang. (2020). Thermisches Zersetzungsverhalten und Produktanalyse von Ammoniummetawolframat. *Zeitschrift für Anorganische Chemie*.
- Li ming. (2021). Anwendung von Ammoniummetawolframat bei der Herstellung von WO<sub>3</sub>-Nanopartikeln. *Materialberichte*.
- Zheng, H., et al. (2011). Nanostrukturiertes Wolframoxid - Eigenschaften und Anwendungen. *Bewertungen der Chemischen Gesellschaft*.
- Wang, J et al. (2015). Wolframtrioxid-Nanostrukturen zur Energiespeicherung. *Zeitschrift für Materialchemie A*.
- ZHANG Lihua. (2020). Prozessoptimierung für die mikrowellengestützte Synthese von Ammoniummetawolframat. *Fortschritt in der chemischen Industrie*.
- LI Honggui. (2005). *Wolframmetallurgie*. Verlag der Central South University.
- Chen, X., et al. (2018). Hydrothermale Synthese von WO<sub>3</sub>-Nanopartikeln. *Zeitschrift für Nanopartikelforschung*.
- Sigma-Aldrich WO<sub>3</sub> Produktspezifikation (2023).
- Internationaler Verband der Wolframindustrie (ITIA). (2023). *Globaler Ausblick für die Wolframindustrie 2030*.
- WANG Yu. (2022). WO<sub>3</sub> Forschung zu grüner Produktionstechnologie. *Chinesische Zeitschrift für Umwelttechnik*.
- Zhang wei. (2018). Prozessoptimierung für die Zubereitung von WO<sub>3</sub> durch Rösten. *Nichteisenmetalle*.
- Liu, Y., et al. (2021). Herstellung von WO<sub>3</sub> im industriellen Maßstab durch Kalzinierung. *Zeitschrift für Materialverarbeitungstechnologie*.

## COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT



## Kapitel 5: Analyse- und Charakterisierungstechniken von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>).

### 5.1 Analyse der chemischen Zusammensetzung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>).

#### Titration (WO<sub>3</sub> Gehaltsbestimmung)

Die Titration ist eine traditionelle chemische Analysetechnik zur Bestimmung des WO<sub>3</sub>-Gehalts, die aufgrund ihrer einfachen Bedienung, geringen Kosten und zuverlässigen Ergebnisse in der industriellen Qualitätskontrolle und Laborforschung weit verbreitet ist. Das Verfahren basiert auf dem Prinzip der Säure-Base-Reaktion oder Redox-Titration, bei der WO<sub>3</sub> in eine titrierbare Wolframatform umgewandelt wird, und der Gehalt wird durch Titration einer Standardlösung berechnet. Das experimentelle Verfahren ist wie folgt: Zuerst werden 0,5-1 g WO<sub>3</sub>-Probe (auf 0,0001 g genau) entnommen, in einen 50 mL PTFE-Tiegel gegeben, 10-15 mL konzentrierte NaOH-Lösung (40 % Massenanteil, Dichte 1,43 g/mL) hinzugefügt, auf einer elektrischen Heizplatte auf 80-100 °C erhitzt, 30-60 Minuten lang gerührt (200-300 U/min), bis sich die Probe vollständig aufgelöst hat, und lösliches Natriumwolframat (Na<sub>2</sub>WO<sub>4</sub>) entsteht). Die Reaktion ist:



Nachdem die Lösung auf Raumtemperatur abgekühlt war, wurde sie mit HCl (1 mol/l, ca. 20-30 ml) auf pH 7 neutralisiert, um eine Spurenmenge an H<sub>2</sub>WO<sub>4</sub>-Niederschlag zu erzeugen, gefolgt von der Zugabe von überschüssiger ZnSO<sub>4</sub>-Lösung (0,1 mol/l, 20-25 mL) und 10-15 Minuten lang gerührt, um Wolframat in ZnWO<sub>4</sub>-Form auszufällen



Das Pellet wird durch Filterpapier mit mittlerer Geschwindigkeit filtriert und 3-5 Mal mit deionisiertem Wasser (50-100 mL, pH 6-7) gewaschen, um Na<sup>+</sup>- und SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>-Ionen zu entfernen. Der Kuchen wurde in einen Erlenmeyerkolben überführt, mit Standard-H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> (0,1 mol/L, 20 mL) aufgelöst, WO<sub>4</sub><sup>2-</sup> freigesetzt, 2-3 Tropfen Methylorangenindikator (0,1%) hinzugefügt und mit Standard-KMnO<sub>4</sub>-Lösung (0,02 mol/L) titriert, bis die Lösung eine stabile rosa Farbe hatte (MnO<sub>4</sub><sup>-</sup> selbstindiziert, 30 Sekunden lang gehalten). Die Titrationsreaktion war:



Der WO<sub>3</sub>-Massenprozentatz wird auf der Grundlage des KMnO<sub>4</sub>-Verbrauchsvolumens (V, ml) und der Konzentration (C, mol/L) wie folgt berechnet:

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

wobei M<sub>{WO<sub>3</sub>}</sub> = 231,84 g/mol und m<sub>{Probe}</sub> die Masse der Probe (g) ist. Der Assay-Fehler beträgt in der Regel <0,1 % und die Wiederholbarkeit ist gut (RSD <0,5 %), wodurch

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

er für  $WO_3$ -Proben mit einer Reinheit von 95 % bis 99,9 % geeignet ist.

Zu den Vorteilen der Titration gehören einfache Geräte (nur Büretten, Erlenmeyerkolben, Heizplatten usw., die Gesamtkosten betragen etwa 1000-2000 Yuan), und der Betrieb erfordert keinen hohen technischen Hintergrund, der für den schnellen Nachweis in Industriestandorten geeignet ist. Zum Beispiel verarbeitet eine Anlage 50-100  $WO_3$ -Proben pro Tag, und die Titration kann in 1-2 Stunden analysiert werden. Das Verfahren ist jedoch empfindlich gegenüber Verunreinigungen, wie z.B. Elementen wie Mo, V usw., die die  $ZnWO_4$ -Fällung stören können und eine Vorabtrennung durch Ionenaustausch oder Extraktion erfordern. Darüber hinaus erfordert das Auflösen der Probe eine starke Alkali- und Hochtemperaturbehandlung, die hohe Tiegelmateriale (wie PTFE oder Platin) erfordert, was die Kosten erhöht. Wenn die Probe Feuchtigkeit oder organische Stoffe enthält, rösten Sie sie vor (200-300 °C, 1 Stunde), um Störungen zu vermeiden.

### **Emissionsspektroskopie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-AES) für die Analyse von gelbem Wolframoxid ( $WO_3$ )**

Die optische Emissionsspektroskopie mit induktiv gekoppeltem Plasma (ICP-AES) ist eine hochempfindliche Multielement-Analysetechnik, die häufig zur Bestimmung von Spurenverunreinigungen (z. B. Fe, Na, Mo, Si) und des Wolframgehalts des Hauptelements in  $WO_3$  eingesetzt wird. Das Prinzip besteht darin, dass die Probe zerstäubt und in ein Hochtemperaturplasma (6000-10000 K) injiziert wird, das das Emissionsspektrum von Atomen oder Ionen anregt und die Wellenlänge und Intensität mit einem Spektrometer erfasst. Das Verfahren war wie folgt: 0,1-0,2 g der  $WO_3$ -Probe (auf 0,0001 g genau) wurden in ein Mikrowellenaufschlussgefäß gegeben und 5 mL HF (40 %, korrodiertes  $SiO_2$  wurden mit Verunreinigungen versetzt), 5 mL  $HNO_3$  (65 %, Oxidationsmittel) und 2 mL HCl (37 %, stabilisierte Wolframionen) in einem Mikrowellenfermenter (Leistung 800 W, 200 °C, 30-40 min), bis die Probe vollständig in einer klaren Lösung aufgelöst ist. Nach dem Abkühlen wurde das Volumen mit deionisiertem Wasser auf 100 mL reduziert und filtriert (0,45  $\mu m$  Membran), um den Rückstand zu entfernen. Die Proben wurden mit einer Peristaltikpumpe in das ICP-AES-Instrument injiziert (Durchflussrate 1 mL/min) (typische Parameter: HF-Leistung 1,2-1,5 kW, Argonfluss 15 l/min, Hilfsgas 1 l/min, vernebeltes Gas 0,8 l/min). Die charakteristischen Emissionslinien von Wolfram lagen bei 207,911 nm und 224,875 nm, und Verunreinigungen wie Fe (259,940 nm), Na (589,592 nm) und Mo (202,030 nm) wurden gleichzeitig gemessen.

ICP-AES hat eine sehr niedrige Nachweisgrenze (0,1  $\mu g/l$  für Wolfram und 0,01-0,05  $\mu g/l$  für Verunreinigungen) und einen weiten linearen Bereich (0,001 %-10 %) für die  $WO_3$ -Detektion > 20 Elemente in Konzentrationen von 1 ppm (0,0001 %) bis 99,99 %. Zum Beispiel hat  $WO_3$ , das durch Rösten hergestellt wird, einen Fe-Gehalt von etwa 5-10 ppm, Na < 2 ppm und Si bis zu 20-50 ppm in hydrothermalen Proben. Die Methode ist hochgenau (RSD <1%, 5 Wiederholungen) und die Analysezeit ist kurz (5-10 Minuten für

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

eine einzelne Probe). Der Korrelationskoeffizient  $R^2 > 0,999$  wurde durch eine Standardkurve kalibriert (0,1-1000 mg/L Lösung, hergestellt mit  $WO_3$  Standard). Die Ergebnisse zeigen, dass die Reinheit von industriellem  $WO_3$  typischerweise 99,9 % bis 99,99 % beträgt und die von Labor-Nano- $WO_3$  99,995 % erreichen kann.

Die Vorteile der ICP-AES sind die gleichzeitige Multielementanalyse, die hohe Empfindlichkeit und der hohe Durchsatz (20-30 Proben pro Stunde), wodurch sie für die Qualitätskontrolle und die wissenschaftliche Forschung geeignet sind. Die Kosten für das Instrument sind jedoch hoch (ca. 50-1 Mio. Yuan), der Betrieb erfordert hochreines Argongas (täglich Verbrauch von 20-30 l, ca. 50-100 Yuan), der Probenaufschluss erfordert starke Säure und geschlossene Geräte (z. B. Mikrowellenaufschlussgerät, ca. 20-300.000 Yuan) und die Anforderungen an die Bediener sind hoch (1-3 Monate Schulung sind erforderlich). Darüber hinaus erfordert die Verwendung von HF einen besonderen Schutz (z. B. Abzug, säurefeste Handschuhe), und die Kosten für die Entsorgung von Abfallflüssigkeiten betragen etwa 50-100 Yuan/Charge. In diesem Abschnitt wird die Kombination von traditionellen und modernen Techniken zur Analyse der chemischen Zusammensetzung von  $WO_3$  anhand einer detaillierten Beschreibung von Titration und ICP-AES demonstriert.

## 5.2 Strukturelle Charakterisierung von gelbem Wolframoxid ( $WO_3$ ).

### Strukturelle Charakterisierung von gelbem Wolframoxid ( $WO_3$ ) - Röntgenbeugung (XRD).

Die Röntgenbeugung (XRD) ist die Technik der Wahl für die Analyse der  $WO_3$ -Kristallstruktur und der Phasenzustände und ermöglicht eine genaue Bestimmung der Kristallphase, der Gitterparameter und der Korngröße. Typische Bedingungen waren Cu  $K\alpha$ -Strahlung ( $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$ , Spannung 40 kV, Strom 30-40 mA), Probenplatzierung auf einem Objektträger oder Siliziumwafer ohne Hintergrund, Scanbereich  $2\theta = 10^\circ$ - $80^\circ$ , Schrittweite  $0,02^\circ$  und Scangeschwindigkeit  $2$ - $4^\circ/\text{min}$ . Die charakteristischen Beugungspeaks der monoklinen Phase  $WO_3$  treten bei  $2\theta = 23,1^\circ$  ((002) Oberfläche,  $d = 3,85 \text{ \AA}$ ),  $23,6^\circ$  ((020),  $d = 3,77 \text{ \AA}$ ),  $24,4^\circ$  ((200),  $d = 3,65 \text{ \AA}$ ) auf, das relative Intensitätsverhältnis beträgt etwa 1:0,9:0,8 und die hexagonalen  $WO_3$ -Peaks betragen  $13,9^\circ$  ((100)),  $22,8^\circ$  ((110)) und  $28,2^\circ$  ((200)). Die tetragonale Phase liegt bei  $22,8^\circ$  ((110)),  $32,5^\circ$  ((200)). Der Ebenenabstand des Kristalls wurde mit der Bragg-Gleichung berechnet ( $n\lambda = 2d \sin\theta$ ), und der Phasenzustand wurde durch Vergleich mit der Standardkarte (JCPDS 43-1035 monokline Phase, 20-1324 hexagonale Phase) bestätigt.

Die Korngröße wird nach der Scherrer-Gleichung berechnet:  $D = K\lambda / \beta \cos\theta$  ( $K = 0,9$ ,  $\beta$  ist die Breite bei halbem Maximum, im Bogenmaß), z.B.  $2\theta = 23,6^\circ$  für den Peak  $\beta = 0,15^\circ$  (etwa  $0,0026 \text{ rad}$ ),  $D \approx 50 \text{ nm}$ , was mit den TEM-Ergebnissen übereinstimmt. Die Rietveld-Verfeinerungsmethode verfeinert die Gitterparameter weiter mit  $a = 7,306 \pm 0,005 \text{ \AA}$ ,  $b =$

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

$7,540 \pm 0,005 \text{ \AA}$ ,  $c = 7,692 \pm 0,005 \text{ \AA}$ ,  $\beta = 90,91 \pm 0,02^\circ$ , Elementarzellenvolumen  $423,5 \text{ \AA}^3$ . XRD kann auch Spuren von Heterophasen (z. B.  $\text{WO}_2$ ).  $\theta$  von  $2\theta = 25,7^\circ$  Peak) mit einer Sensitivität von 1%-2% für die Analyse von dotierten oder defekten Proben (z.B.  $\text{Na-WO}_3$  Peakverschiebung von  $0,1^\circ$ - $0,2^\circ$ ). Die Experimente erfordern die Gleichmäßigkeit der Probe (Mahlen auf  $<50 \mu\text{m}$ ) und die Kalibrierung des Geräts (Nullstellen mit Si-Standards), und jede Messung dauert 20-40 Minuten.

### Strukturelle Charakterisierung von gelbem Wolframoxid ( $\text{WO}_3$ ) - Fourier-Transformations-Infrarotspektroskopie (FTIR).

Die Fourier-Transformations-Infrarotspektroskopie (FTIR) wird verwendet, um die chemischen Bindungen, funktionellen Gruppen und Oberflächenzustände von  $\text{WO}_3$  zu charakterisieren und molekulare Schwingungsinformationen zu liefern. Das Protokoll bestand darin, 1-2 mg  $\text{WO}_3$ -Probe mit 100-200 mg KBr (spektral rein) zu mischen, gleichmäßig zu mahlen, in einer Tablettenpresse (10 MPa, 2-3 Minuten) in eine transparente Folie mit einem Durchmesser von 13 mm und einer Dicke von 0,5-1 mm zu pressen und in ein FTIR-Spektrometer mit einem Messbereich von  $400$ - $4000 \text{ cm}^{-1}$  zu geben. eine Auflösung von  $4 \text{ cm}^{-1}$  und eine Anzahl von 32-64 Scans. Charakteristische Absorptionspeaks der monoklinen Phase  $\text{WO}_3$  sind:  $700$ - $950 \text{ cm}^{-1}$  (W-O-W-Brücke Sauerstoffdehnungsschwingung, stark und breit),  $600$ - $650 \text{ cm}^{-1}$  (W-O Biegeschwingung, schwach),  $800$ - $850 \text{ cm}^{-1}$  (W=O Sauerstoffdehnung, scharf). Enthält die Probe Hydrate (z. B.  $\text{WO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ),  $3400$ - $3500 \text{ cm}^{-1}$  (O-H-Beugung) und  $1600$ - $1630 \text{ cm}^{-1}$  (H-O-H-Kurve).

FTIR kann Dotierung oder defekte Effekte nachweisen, wie z. B. W-N-Bindungsschwingungen in N-dotiertem  $\text{WO}_3$  bei  $950$ - $1000 \text{ cm}^{-1}$  und neue Peaks in sauerstofffreien Proben ( $\text{WO}_{3-x}$ ) bei  $900$ - $950 \text{ cm}^{-1}$ . Die Peakintensität hängt mit der Kristallinität zusammen, und nano $\text{WO}_3$  ( $<50 \text{ nm}$ ) wird aufgrund von Oberflächeneffekten verbreitert (FWHM steigt auf  $20$ - $30 \text{ cm}^{-1}$ ). Die Vorteile der Methode sind schnell (5-10 Minuten für eine einzelne Messung), zerstörungsfrei und niedrige Gerätekosten (ca.  $10$ - $200.000 \text{ Yuan}$ ); Der Nachteil ist, dass die quantitativen Fähigkeiten begrenzt sind und in Kombination mit anderen Techniken wie Raman bestätigt werden müssen. Die Proben sollten trocken vorbereitet werden (um eine Feuchtigkeitsaufnahme durch KBr zu vermeiden) und die Umgebungsfeuchtigkeit sollte auf  $<50 \%$  geregelt werden.

### Strukturelle Charakterisierung von gelbem Wolframoxid ( $\text{WO}_3$ ) - Raman-Spektroskopie

Die Raman-Spektroskopie liefert detaillierte Informationen über Struktur und Defekte, indem sie molekulare Schwingungen und Kristallsymmetrie von  $\text{WO}_3$  detektiert. Die Experimente wurden mit einem Laser-Raman-Spektrometer unter den typischen Bedingungen eines  $532\text{-nm}$ -Lasers (Leistung  $1$ - $5 \text{ mW}$  zur Vermeidung von Probenverbrennungen) und einem Spektralbereich von  $100$ - $1000 \text{ cm}^{-1}$  mit einer Auflösung

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

von 1–2  $\text{cm}^{-1}$  und einer Integrationszeit von 10–30 Sekunden durchgeführt. Die Probe wird auf einen Objektträger gelegt und fokussiert. Die charakteristischen Peaks der monoklinen Phase  $\text{WO}_3$  betragen 717  $\text{cm}^{-1}$  (symmetrische Dehnung W-O-W), 807  $\text{cm}^{-1}$  (asymmetrische Dehnung W-O-W) und 270  $\text{cm}^{-1}$  (W-O-Biegung). Die hexagonale Phase ist 680  $\text{cm}^{-1}$  und 810  $\text{cm}^{-1}$  und die tetragonale Phase 690  $\text{cm}^{-1}$  und 830  $\text{cm}^{-1}$  groß. Die Peakposition und -intensität spiegeln die Reinheit der kristallinen Phase wider, z. B. hat die monokline Phase  $\text{WO}_3$  ein Spitzenfestigkeitsverhältnis von etwa 1:1,2 im Bereich von 700–800  $\text{cm}^{-1}$ .

Die Raman-Spektroskopie ist empfindlich gegenüber der Korngröße, wobei sich die Nano- $\text{WO}_3$  (<30 nm) Peaks verbreitern (FWHM steigt auf 20–30  $\text{cm}^{-1}$ ) und die Intensität aufgrund der verstärkten Oberflächenphononenstreuung um 20 % bis 30 % abnimmt. Ein neuer Peak trat bei 950–970  $\text{cm}^{-1}$  in der Sauerstofflücke ( $\text{WO}_{3-x}$ ) auf, und die Intensität korrelierte positiv mit der Defektkonzentration ( $10^{17}$ – $10^{19} \text{ cm}^{-3}$ ). Dotierte Proben (z. B.  $\text{Ti-WO}_3$ ) haben eine Spitzenverschiebung von 5–10  $\text{cm}^{-1}$ , um die Gitterspannung widerzuspiegeln. Die Vorteile der Methode sind die hohe räumliche Auflösung (fokussierter Spot <1  $\mu\text{m}$ ), die Zerstörungsfreiheit und die Eignung für in-situ-Analysen. Der Nachteil ist, dass Fluoreszenzinterferenzen (z.B. organische Rückstände) mit verschiedenen Wellenlängen von Lasern (z.B. 785 nm) eliminiert werden müssen und jede Messung 10–20 Minuten dauert. Dieser Abschnitt bietet einen umfassenden Überblick über die strukturellen Eigenschaften von  $\text{WO}_3$  und seine Charakterisierungsmethoden durch detaillierte Beschreibungen von XRD, FTIR und Raman.

### 5.3 Morphologie und mikroskopische Analyse von gelbem Wolframoxid ( $\text{WO}_3$ ).

#### Rasterelektronenmikroskopie (REM)

Die Rasterelektronenmikroskopie (REM) ist das wichtigste Werkzeug zur Beobachtung der  $\text{WO}_3$ -Oberflächentopographie, der Partikelgröße und -verteilung und liefert intuitive zweidimensionale Bilder. Das experimentelle Verfahren ist wie folgt: Nehmen Sie eine kleine Menge  $\text{WO}_3$ -Pulver (ca. 10–20 mg), dispergieren Sie es in Ethanol (Ultraschall 5–10 Minuten, Leistung 100 W), geben Sie es auf einen leitfähigen Siliziumwafer oder eine Aluminiumfolie, trocknen Sie es und besprühen Sie es mit Gold (20 mA, Zeit 60–90 Sekunden, Dicke 10–15 nm), um die Leitfähigkeit zu verbessern. Die REM-Parameter sind: Beschleunigungsspannung 5–15 kV, Arbeitsabstand 5–10 mm, Vergrößerung 1000–50000x.  $\text{WO}_3$  im Mikrometermaßstab (z. B. durch Rösten hergestellt) ist ein unregelmäßiges Polyeder mit einer Partikelgröße von 4–15  $\mu\text{m}$  und einer glatten Oberfläche. Nanoskaliges  $\text{WO}_3$  (z.B. hydrothermal präpariert) ist kugelförmig (20–50 nm), stäbchenförmig (50–100 nm lang, 10–20 nm breit) oder blechig (5–10 nm dick) mit einer hohen Oberflächenrauheit.

Das REM ist mit einem energiedispersiven Röntgenspektrometer (EDS) für die Elementverteilungsanalyse ausgestattet, mit typischen Ergebnissen eines W:O-Atomverhältnisses von  $\approx 1:3$  und einem Gehalt an Verunreinigungen (z. B. Na, Si) von <0,1 %. EDS hat eine Auflösung von ca. 1  $\mu\text{m}$  und eine Nachweisgrenze von 0,1 % bis 0,5 %.

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

So wies das EDS des gerösteten  $\text{WO}_3$  einen Na- $\leq$  von 0,05 % auf und die hydrothermale Probe enthielt 0,1 %-0,2 % Si. Die Vorteile von REM sind die einfache Bedienung (20-30 Minuten Probenvorbereitung), das intuitive Bild und die Gerätekosten betragen etwa 30-500.000 Yuan. Der Nachteil ist, dass die Auflösung begrenzt ist (ca. 1-5 nm), die innere Struktur nicht sichtbar ist und das TEM kombiniert werden muss.

### Transmissionselektronenmikroskopie (TEM)

Die Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) liefert hochauflösende Mikrostruktur- und Kristallinformationen in  $\text{WO}_3$  für die nanoskalige Probenanalyse. Das experimentelle Verfahren ist wie folgt: 5-10 mg  $\text{WO}_3$  einnehmen, in Ethanol dispergieren (Beschallung für 10-15 Minuten), auf einen Kohlenstofffilm aus Kupfergewebe (200-300 mesh) geben und natürlich trocknen. Die TEM-Parameter sind: Beschleunigungsspannung 200 kV, Vergrößerung 50.000-500.000 mal, Auflösung 0,1-0,2 nm. TEM-Bilder zeigen die Morphologie des nano $\text{WO}_3$ , wie z.B. kugelförmig (20-30 nm) oder stäbchenförmig (50-100 nm lang) für hydrothermale Proben mit klaren Korngrenzen. Die hochauflösende TEM (HRTEM) zeigte einen Ebenenabstand mit der monoklinen Phase (002) Ebene  $d = 3,85 \pm 0,02 \text{ \AA}$ , (200) Ebene  $d = 3,65 \pm 0,02 \text{ \AA}$ , was mit der XRD übereinstimmt.

HRTEM kann auch Defekte wie Sauerstoffleerstellen beobachten, die sich als Gitterverzerrung manifestieren, und dotierte Atome wie  $\text{Ti}^{4+}$  verursachen eine Änderung des lokalen Kontrasts. Die selektive Elektronenbeugung (SAED) erzeugt Beugungsflecken, und die monokline Phase  $\text{WO}_3$  zeigt (002), (020), (200) Ringe, um die Kristallorientierung zu bestätigen. Der Vorteil von TEM besteht darin, dass es eine hohe Auflösung hat und Strukturen auf atomarer Ebene direkt beobachten kann. Die Nachteile sind, dass die Probenvorbereitung komplex ist (eine ultradünne Dispersion ist erforderlich, die 1-2 Stunden dauert), das Instrument ist teuer (etwa 1 Million bis 2 Millionen Yuan) und die Betriebsanforderungen sind hoch. Dieser Abschnitt veranschaulicht die Charakterisierungstechniken und Anwendungen der  $\text{WO}_3$ -Topographie und -Mikrostruktur durch detaillierte Beschreibungen von REM und TEM.

## 5.4 Strukturelle Charakterisierung und Prüfung der physikalischen Eigenschaften von gelbem Wolframoxid ( $\text{WO}_3$ ).

### Strukturelle Charakterisierung von gelbem Wolframoxid ( $\text{WO}_3$ ) - BET-spezifische Oberflächenbestimmung

Die spezifische Oberflächenbestimmung von BET (Brunauer-Emmett-Teller) ist eine Schlüsseltechnologie zur Analyse der physikalischen Eigenschaften der  $\text{WO}_3$ -Oberfläche, und die spezifische Oberfläche und Porenstruktur werden durch Stickstoffadsorptions-Desorptionsexperimente bestimmt, was eine Grundlage für ihre funktionellen Anwendungen (wie Katalyse und Energiespeicherung) bildet. Im Folgenden finden Sie eine vertiefte Analyse der Grundlagen und Messmethoden zur Definition der spezifischen Oberfläche, des Zusammenhangs zwischen  $\text{WO}_3$ -spezifischer Oberfläche und

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Aufbereitungstechnologie und Partikelgröße sowie der Bedeutung und des Zusammenhangs mit der Anwendung.

**Grundlagen und experimentelle Methoden** Die BET-Methode basiert auf der Theorie der Mehrschichtadsorption und nutzt das Adsorptions-Desorptionsverhalten von N<sub>2</sub> bei 77 K (Temperatur des flüssigen Stickstoffs) zur Bestimmung der Probenoberfläche. Das Protokoll besteht darin, eine 0,1-0,5 g WO<sub>3</sub>-Probe zu entnehmen und sie in ein Probenröhrchen eines spezifischen Oberflächenanalysators (typisches Modell wie Micromeritics ASAP 2020) zu geben und sie 2-4 Stunden lang unter Vakuum (10<sup>-3</sup> Pa) bei 200-300 °C vorzubehandeln, um Feuchtigkeit und flüchtige Verunreinigungen zu entfernen. Abgekühlt auf 77 K wurde hochreines N<sub>2</sub> (99,999 %) eingebracht, der Druck wurde schrittweise erhöht (0-1 atm) und die Adsorptionskapazität (cm<sup>3</sup>/g) als Funktion des Relativdrucks (P/P<sub>0</sub>) erfasst. Der Desorptionsprozess verläuft in umgekehrter Richtung, wobei eine Adsorptions-Desorptions-Isotherme gebildet wird. Gemäß der BET-Gleichung:

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

Dabei ist V die Adsorptionskapazität, V<sub>m</sub> die Adsorptionskapazität der Monoschicht und C die Konstante, und die V<sub>m</sub> wird durch lineare Regression berechnet (P/P<sub>0</sub> = 0,05-0,35). Die spezifische Oberfläche (S) beträgt:

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

wobei N<sub>A</sub> die Avogadro-Konstante (6,022 × 10<sup>23</sup> mol<sup>-1</sup>), A<sub>{N<sub>2}}</sub> die molekulare Querschnittsfläche von N<sub>2</sub> (0,162 nm<sup>2</sup>) und m die Probenmasse (g) ist. Die Porenverteilung wurde aus der Desorptionskurve nach der BJH-Methode (Barrett-Joyner-Halenda) mit einem Fehler von <5% berechnet.</sub>

WO<sub>3</sub> im Mikrometermaßstab (durch Rösten hergestellt, Partikelgröße 4-15 µm) hat eine spezifische Oberfläche von 5-15 m<sup>2</sup>/g, eine Porengröße von 10-20 nm und hat meist eine mesoporöse Struktur; Nanoskalige WO<sub>3</sub> (z.B. hydrothermal präpariert, Partikelgröße 20-50 nm) beträgt 30-50 m<sup>2</sup>/g, Porengröße 5-10 nm, mikroporös (<2 nm) und Mesoporen. Das Experiment dauerte 4-6 Stunden und war reproduzierbar (RSD <3%).

#### Was ist die spezifische Oberfläche?

Die spezifische Oberfläche bezieht sich auf die Gesamtoberfläche (m<sup>2</sup>/g) pro Masseneinheit von Feststoffen, einschließlich der äußeren Oberfläche und der inneren Porenoberfläche, und ist ein wichtiger Parameter zur Charakterisierung der Oberflächeneigenschaften von porösen Materialien oder körnigen Materialien. Bei WO<sub>3</sub> spiegelt die spezifische Oberfläche die Partikelgröße, Porosität und Anzahl der oberflächenaktiven Stellen wider. Theoretisch ist die spezifische Oberfläche eines Feststoffpartikels umgekehrt proportional zur Partikelgröße, und je kleiner die Partikelgröße, desto größer die Oberfläche

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

pro Masseneinheit. Zum Beispiel ist die spezifische Oberfläche eines idealen kugelförmigen Partikels  $S = 6 / (\rho \cdot D)$ , wobei  $\rho$  die Dichte ( $\text{WO}_3 \approx 7,16 \text{ g/cm}^3$ ) und  $D$  die Partikelgröße ( $\mu\text{m}$ ) ist. Bei  $D = 10 \mu\text{m} \approx S 0,08 \text{ m}^2/\text{g}$ ; Bei  $D = 0,02 \mu\text{m}$  ( $20 \text{ nm}$ )  $\approx S 41,9 \text{ m}^2/\text{g}$ , was auf eine signifikante Vergrößerung der Oberfläche durch Nanoisierung hinweist. Die spezifische Oberfläche des eigentlichen  $\text{WO}_3$  wird jedoch von der Morphologie (kugelförmig, stäbchenförmig, blattförmig), der Porenstruktur und dem Agglomerationsgrad beeinflusst, der mit BET gemessen werden muss.

**Die spezifische Oberfläche von Wolframoxid hängt** eng mit dem Aufbereitungsprozess zusammen, und die Partikelgröße, Morphologie und Porenstruktur, die durch verschiedene Prozesse erzeugt werden, unterscheiden sich erheblich

#### **Röstmethode**

AMT wird an der Luft bei 500-700 °C zersetzt, um mikrometergroßes  $\text{WO}_3$  (4-15  $\mu\text{m}$ ) mit einer geringen spezifischen Oberfläche (5-15  $\text{m}^2/\text{g}$ ) zu erzeugen. Hohe Temperaturen führen dazu, dass Partikel sintern, Poren kollabieren und oberflächenaktive Stellen abnehmen.  $\text{WO}_3$  zum Beispiel, das 4 Stunden lang bei 600 °C geröstet wird, hat eine spezifische Oberfläche von 8-10  $\text{m}^2/\text{g}$  und ein Porenvolumen von 0,02-0,03  $\text{cm}^3/\text{g}$ .

#### **Hydrothermales Verfahren**

Die Reaktion bei 180-200 °C, 10-20 atm ergibt nano $\text{WO}_3$  (20-50 nm) mit einer spezifischen Oberfläche von bis zu 30-50  $\text{m}^2/\text{g}$ . Bei niedrigen Temperaturen und hohem Druck blieben die offenen Poren (wie z. B. die Kanalstruktur der hexagonalen Phase) erhalten, und die spezifische Oberfläche nahm mit der Verlängerung der Reaktionszeit (12-24 h) aufgrund des Kornwachstums leicht ab. Zum Beispiel hat eine Probe bei 180°C für 12 h eine spezifische Oberfläche von 45-50  $\text{m}^2/\text{g}$  und eine Porengröße von 5-8 nm.

#### **Solvotherme Methode**

Unter Verwendung eines Lösungsmittels wie Ethylenglykol wurde die Reaktion bei 200 °C für 6-12 h durchgeführt, um einen Stab oder ein Blech  $\text{WO}_3$  (30-100 nm) mit einer spezifischen Oberfläche von 20-40  $\text{m}^2/\text{g}$  zu erzeugen. Die Art und Konzentration des Lösungsmittels beeinflussen die Morphologie, und bei einem hohen Anteil an Ethylenglykol bildet sich eine Flockenstruktur, und die spezifische Oberfläche ist gering (ca. 25  $\text{m}^2/\text{g}$ ).

#### **Methode zur Wasserstoffreduktion**

$\text{WO}_3$  (3-6  $\mu\text{m}$ ) wird indirekt mit einer spezifischen Oberfläche von 5-10  $\text{m}^2/\text{g}$  erzeugt, und der Hochtemperatur-Reduktions- und Oxidationsprozess verdichtet die Partikel mit weniger Poren.

Prozessparameter wie Temperatur, Atmosphäre und Haltezeit beeinflussen ebenfalls das Ergebnis, z. B. sind 700 °C im Röstprozess aufgrund der erhöhten Kornagglomeration um 20 % bis 30 % niedriger als die spezifische Oberfläche von 500 °C.

#### **Beziehung zwischen spezifischer Oberfläche und Partikelgröße von Wolframoxid $\text{WO}_3$**

##### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Die spezifische Oberfläche von  $\text{WO}_3$  ist umgekehrt proportional zur Partikelgröße, die von der Partikelmorphologie und Agglomeration beeinflusst wird. Theoretisch nimmt die spezifische Oberfläche von kugelförmigen Partikeln mit abnehmender Partikelgröße dramatisch zu, aber in der Praxis besteht  $\text{WO}_3$  oft aus Polyedern oder Nanostäbchen, und die Agglomeration reduziert die effektive Oberfläche weiter. Experimentelle Daten zeigen:

Mikrometerskalige  $\text{WO}_3$  ( $D_{50} = 5-10 \mu\text{m}$ ): Spezifische Oberfläche von  $5-10 \text{ m}^2/\text{g}$ , große Partikel, glatte Oberfläche, wenige innere Poren.

Submikron-Skala ( $D_{50} = 0,1-1 \mu\text{m}$ ): spezifische Oberfläche  $15-25 \text{ m}^2/\text{g}$ , Übergangszustand, partielle Porenbildung.

Nanoskalig ( $D_{50} = 20-50 \text{ nm}$ ): spezifische Oberfläche  $30-50 \text{ m}^2/\text{g}$ , raue Oberfläche, reiche Poren. So stieg beispielsweise der hydrothermale  $\text{WO}_3$  von  $20 \text{ nm}$  auf  $50 \text{ nm}$  (längere Reaktionszeit) und die spezifische Oberfläche verringerte sich von  $50 \text{ m}^2/\text{g}$  auf  $35 \text{ m}^2/\text{g}$ , was einer Abnahme von etwa  $30 \%$  entspricht. Die TEM- und BET-Daten waren konsistent und zeigten, dass die erhöhte Partikelgröße mit einer Agglomeration einherging, die die freiliegende Oberfläche reduzierte. Die hohe spezifische Oberfläche von Nano- $\text{WO}_3$  ist auf den Quantengrößeneffekt und die Zunahme des Anteils der Oberflächenatome (etwa  $20\%-30\%$  der Oberflächenatome) zurückzuführen, verglichen mit nur  $1\%-2\%$  auf der Mikrometerskala.

**Bedeutung und Zusammenhang zwischen der spezifischen Oberfläche von Wolframoxid und seiner Verwendung**  
 $\text{WO}_3$  Die spezifische Oberfläche von  $\text{WO}_3$  wirkt sich direkt auf seine Leistung in den Bereichen Katalyse, Energiespeicherung, Sensorik und Elektrochromie aus

### Photokatalyse

Die hohe spezifische Oberfläche vergrößert das aktive Zentrum und verbessert die photokatalytische Effizienz. Zum Beispiel ist die Rate, mit der eine spezifische Oberfläche von  $50 \text{ m}^2/\text{g}$  eines Nano- $\text{WO}_3$  Methylblau unter sichtbarem Licht ( $0,03 \text{ min}^{-1}$ ) zersetzt, 3-mal höher als die eines  $10 \text{ m}^2/\text{g}$  Mikron  $\text{WO}_3$  ( $0,01 \text{ min}^{-1}$ ), und die Wasserstoffproduktionsrate steigt von  $0,7 \text{ mmol/h g}$  auf  $0,9-1,0 \text{ mmol/h g}$  aufgrund einer stärkeren Adsorption von Wassermolekülen und photogenerierten Elektron-Loch-Paaren auf der Oberfläche.

### Gas-Sensorik

$\text{WO}_3$  mit einer hohen spezifischen Oberfläche (z. B.  $40 \text{ m}^2/\text{g}$ ) ist 2-3 mal empfindlicher gegenüber  $\text{NO}_2$  und  $\text{H}_2\text{S}$ , und die Reaktionszeit reduziert sich aufgrund der erhöhten Adsorption von Gasmolekülen auf 5-10 Sekunden. So hat beispielsweise  $20 \text{ nm}$   $\text{WO}_3$  eine  $\text{NO}_2$ -Nachweisgrenze von  $10 \text{ ppb}$ , während  $5 \mu\text{m}$   $\text{WO}_3$  nur  $50 \text{ ppb}$  beträgt.

### Lithium-Ionen-Batterien

Nano  $\text{WO}_3$  (spezifische Oberfläche  $30-50 \text{ m}^2/\text{g}$ ) bietet mehr  $\text{Li}^+$ -Einbettungsstellen mit

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

einer Anfangskapazität von bis zu 700-720 mAh/g und einer Retention von 88 % nach 1000 Zyklen, während Mikron  $WO_3$  (10  $m^2/g$ ) aufgrund des langen Diffusionswegs eine Kapazität von nur 400-450 mAh/g hat.

### Elektrochrom

$WO_3$ -Folien mit hoher spezifischer Oberfläche (z. B. 35  $m^2/g$ ) haben eine Erhöhung des Transmissionsgrads von 70 % auf 85 % und eine Reaktionszeit von 10 Sekunden auf 6-8 Sekunden aufgrund erhöhter Ionendiffusionsraten. Umgekehrt eignet sich die geringe spezifische Oberfläche  $WO_3$  (z.B. 5-10  $m^2/g$ ) aufgrund ihrer hohen Stabilität und geringen Anforderungen an die Oberflächenaktivität für keramische Pigmente oder Wolframpulverrohstoffe. Eine übermäßige spezifische Oberfläche kann zu Agglomerationen oder Nebenreaktionen führen (z. B. erhöhte Elektronenrekombinationsrate in der Photokatalyse), und das Prozessgleichgewicht muss optimiert werden.

BET-Assays quantifizieren nicht nur die spezifische Oberfläche von  $WO_3$ , sondern zeigen auch seine tiefen Verbindungen zu Prozess, Partikelgröße und Verwendung auf. Nanobasierte Verfahren (z. B. hydrothermal) vergrößern die spezifische Oberfläche erheblich und verbessern die funktionellen Anwendungen, während traditionelle Röstverfahren für große Partikel und geringe Oberflächenanforderungen geeignet sind. Das Gerät (Standard  $SiO_2$ , Oberfläche 200  $m^2/g$ ) wird für jede Messung kalibriert, um zuverlässige Daten zu gewährleisten.

### Thermogravimetrische Analyse (TG) vs. dynamische Differenzkalorimetrie (DSC)

Die thermogravimetrische Analyse (TG) und die dynamische Differenzkalorimetrie (DSC) werden verwendet, um die thermische Stabilität, das Zersetzungsverhalten und die Phasenumwandlungseigenschaften von  $WO_3$  zu bewerten. Die Experimente wurden in einem thermischen Analysator mit typischen Bedingungen von 10-20 mg Probe in einem Aluminiumoxidtiegel, einer Heizrate von 5-10  $^{\circ}C/min$ , einem Temperaturbereich von 25-1000  $^{\circ}C$ , einer Luftatmosphäre oder  $N_2$  (Durchflussrate 50-100 mL/min) durchgeführt. Der TG zeichnet die Massenänderung auf, und der DSC misst die Wärmestromdifferenz.

Die TG-Ergebnisse zeigten, dass das reine  $WO_3$  bei  $<500^{\circ}C$  stabil war, sich in Spuren bei 500-900  $^{\circ}C$  verflüchtigte (Verlust von  $<1\%$ ) und die Sublimation  $>900^{\circ}C$  (Verlust von 5 %-10 %, Rate von 0,05-0,1 g/min  $cm^2$ ) offensichtlich war. Hydrathaltige Proben (z. B.  $WO_3 \cdot H_2O$ ) verliert bei 100-200 $^{\circ}C$  Kristallwasser (8%-10% Massenverlust) und dehydriert bei 300-400 $^{\circ}C$  vollständig als  $WO_3$ . Es gab keine signifikante Veränderung des Röst- $WO_3$  vor 600  $^{\circ}C$ , und der hydrothermale Nano- $WO_3$  verlor vor 200  $^{\circ}C$  2 %-3 % (Oberflächenadsorption von Wasser). DSC detektiert Phasenübergänge, monokline Phasen  $\rightarrow$  hexagonale Phasen (350-400  $^{\circ}C$ , Enthalpieänderung 5-10 kJ/mol), hexagonale  $\rightarrow$  tetragonale Phasen (740-800  $^{\circ}C$ , 15-20 kJ/mol), tetragonale  $\rightarrow$  kubische Phasen ( $>900^{\circ}C$ , ephemere). Die Wärmeflusspitze ist mit der Rekonfiguration des Gitters und dem Bruch

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

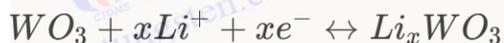
der Sauerstoffbindung verbunden.

Die Vorteile des Verfahrens sind die visuelle Reflexion des thermischen Verhaltens (1-2 Stunden) und die hohe Auflösung (0,1 µg Massenänderung, 0,01 mW Wärmestrom); Der Nachteil ist, dass das Probenvolumen klein ist (<50 mg) und der Phasenübergang in Kombination mit der XRD bestätigt werden muss. Die TG-DSC leitet die Optimierung des Wärmebehandlungsprozesses von WO<sub>3</sub> an, um z.B. Sublimationsverluste zu vermeiden. Dieser Abschnitt bietet einen umfassenden Überblick über die physikalischen Eigenschaften von WO<sub>3</sub> und wie man sie durch die Verfeinerung von BET und TG-DSC testen kann.

## 5.5 Elektrochemischer und photoelektrischer Leistungstest von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>).

### Zyklische Voltammetrie (CV)

Die zyklische Voltammetrie (CV) ist eine gängige Technik zur Bewertung der elektrochemischen Leistung von WO<sub>3</sub> und wird häufig in elektrochromen Bauelementen, Superkondensatoren und in der Batterieforschung eingesetzt. Die Experimente wurden an einer elektrochemischen Workstation (Drei-Elektroden-System) durchgeführt: WO<sub>3</sub> beschichtet auf FTO-Glas (Fläche 1 cm<sup>2</sup>, Arbeitselektrode), Pt-Blech (2 cm<sup>2</sup>, Gegenelektrode), Ag/AgCl (gesättigtes KCl, Referenzelektrode) und Elektrolyt 0,5 mol/L H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> oder 1 mol/L LiClO<sub>4</sub> (neutral), Abtastrate 10-100 mV/s, Potentialbereich -0,5-1,0 V. Die CV-Kurve zeigte Oxidationsspitzen (0,3-0,5 V, Li<sup>+</sup>-Ausgang) und Reduktionsspitzen (-0,1-0,2 V, Li<sup>+</sup>-Einbettung) mit den folgenden Reaktionen



Der Spitzenstrom von nano WO<sub>3</sub> (30 nm) bei 50 mV/s beträgt 2-3 mA/cm<sup>2</sup>, die Kapazität 100-150 mF/cm<sup>2</sup> und das Mikrometer WO<sub>3</sub> (5 µm) beträgt nur 0,5-1 mA/cm<sup>2</sup>, was den Unterschied in der Oberfläche widerspiegelt. CV bewertet die zyklische Stabilität mit einer Volumenerhaltung von 85 % bis 90 % nach 1000 Zyklen.

### Ultraviolett-sichtbare Spektroskopie (UV-Vis)

Die UV-Vis-Spektroskopie misst die optische Absorption und Bandlücke von WO<sub>3</sub>, die für die photokatalytische und elektrochrome Forschung geeignet ist. Das Experiment verwendet ein Spektralphotometer mit einer dünnen Schicht (spinnbeschichtet auf einem Quarzblech) oder einem Pulver (gepresstes Blech) in einem Messbereich von 200-800 nm in Schritten von 1 nm. Die Absorptionskante von WO<sub>3</sub> beträgt 430-460 nm, die Energiebandlücke wird durch die Tauc-Kurve ((αhν)<sup>2</sup> vs hν berechnet, die monokline Phase beträgt 2,6-2,8 eV und die Nanoskala (20 nm) steigt aufgrund des Quanteneinschlusseffekts auf 2,8-2,9 eV. Dotiertes WO<sub>3</sub> (z.B. Ti-WO<sub>3</sub>) absorbiert eine Rotverschiebung auf 500-520 nm und reduziert die Energiebandlücke auf 2,4-2,5 eV.

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Dieser Abschnitt veranschaulicht die elektrochemischen und optoelektronischen Eigenschaften von  $WO_3$  und wie sie durch die Verfeinerung von CV und UV-Vis gemessen werden können.

## Referenzen

- Lassner, E., & Schubert, W.-D. (1999). *Wolfram: Eigenschaften, Chemie, Technologie*. Springer.
- ZHANG Qiyun. (2010). *Wolframchemie und -technologie*. Presse für die metallurgische Industrie.
- Zheng, H., et al. (2011). Nanostrukturiertes Wolframoxid - Eigenschaften und Anwendungen. *Bewertungen der Chemischen Gesellschaft*.
- Wang, J., et al. (2015). Wolframtrioxid-Nanostrukturen zur Energiespeicherung. *Zeitschrift für Materialchemie A*.
- LIU Yang. (2020). Thermisches Zersetzungsverhalten und Produktanalyse von Ammoniummetawolframat. *Zeitschrift für Anorganische Chemie*.
- CHEN Lijuan. (2018). Charakterisierung der Struktur und Eigenschaften von  $WO_3$ -Materialien. *Chinesische Zeitschrift für Materialwissenschaft und -technik*.
- Zhang, Y., et al. (2023). Strukturelle Defekte und Dotierungseffekte in  $WO_3$ -Nanomaterialien. *Zeitschrift für Physikalische Chemie C*.
- Brunauer, S., et al. (1938). Adsorption von Gasen in multimolekularen Schichten. *Zeitschrift der American Chemical Society*.
- Li. (2021). Spezifische Oberfläche und katalytische Eigenschaften von  $WO_3$ -Nanomaterialien. *Acta Chimica Sinica*.
- Gregg, S. J., & Sing, K. S. W. (1982). *Adsorption, Oberfläche und Porosität*. Akademischer Verlag.
- Yang, X., et al. (2019). Oberflächeneffekte auf die  $WO_3$ -Photokatalyse. *Angewandte Katalyse B: Umwelt*.
- Li ming. (2022). Anwendung von  $WO_3$  in Lithium-Ionen-Batterien. *Elektrochemie*.



### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

## CTIA-GRUPPE

### Wolframtrioxid (Gelbes Wolfram, WO<sub>3</sub>, Gelbes Wolframtrioxid, YTO) Einführung

#### 1. Überblick über Wolframtrioxid

CTIA GROUP Wolframtrioxid (als gelbes Wolfram bezeichnet, WO<sub>3</sub>) wird durch Ammoniumparawolframat-Hochtemperaturkalzinierungsverfahren hergestellt, das die Anforderungen von GB / T 3457-2013 "Wolframoxid" erstklassiges Produkt erfüllt. Gelbes Wolfram wird aufgrund seiner hellgelben Kristallpulverform, seiner hohen Reinheit und chemischen Stabilität häufig bei der Herstellung von Wolframpulver, Hartmetall, Wolframdraht und Keramikfarbstoffen verwendet. Die CTIA GROUP hat es sich zur Aufgabe gemacht, hochwertige gelbe Wolframprodukte anzubieten, um die Anforderungen der Pulvermetallurgie und der industriellen Fertigung zu erfüllen.

#### 2. Eigenschaften von Wolframtrioxid

Chemische Zusammensetzung: WO<sub>3</sub>.

Reinheit: ≥99,95% mit sehr geringem Gehalt an Verunreinigungen.

Aussehen: Hellgelbes Kristallpulver, einheitliche Farbe.

Polymorph: monokline (am häufigsten bei Raumtemperatur), Raumgruppe P21/n.

Hohe Stabilität: stabil an der Luft, unlöslich in Wasser und anorganischen Säuren außer Flusssäure.

Reaktivität: Es kann durch Wasserstoff (>650°C) oder Kohlenstoff (1000-1100°C) zu Wolframpulver reduziert werden.

Gleichmäßigkeit: Gleichmäßige Partikelverteilung, geeignet für die nachgelagerte Verarbeitung.

#### 3. Spezifikationen von Wolframtrioxid

Index	CTIA GROUP Gelbes Wolfram Standard der ersten Klasse
WO <sub>3</sub> -Gehalt (Gew.-%)	99,95 ≥
Unreinheit (Gew.-%, 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
Feuchtigkeit (Gew.-%)	0,05 ≤
Teilchengröße	1-10 (µm, FSSS)
Lose Dichte	2,0-2,5 (g/cm <sup>3</sup> )
Anpassung	Partikelgrößen- oder Verunreinigungsgrenzen können je nach Kundenwunsch angepasst werden

#### 4. Wolframtrioxid-Verpackung und Garantie

Verpackung: Innere versiegelte Plastiktüte, äußere Eisentrommel oder gewebte Tasche, Nettogewicht 50 kg oder 100 kg, feuchtigkeitsbeständiges Design.

Garantie: Jede Charge wird mit einem Qualitätszertifikat geliefert, das den WO<sub>3</sub>-Gehalt, die Verunreinigungsanalyse, die Partikelgröße (FSSS-Methode), die Losdichte und die Feuchtigkeitsdaten enthält.

#### 5. Informationen zur Beschaffung von Wolframtrioxid

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

Weitere Informationen zu Wolframgelb finden Sie auf der Chinatungsten Online-Website [www.tungsten-powder.com](http://www.tungsten-powder.com)

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

## Kapitel 6: Anwendungen von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>).

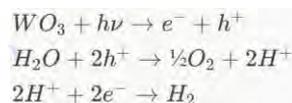
### 6.1 Anwendungen von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Katalysatorfeld

WO<sub>3</sub> weist aufgrund seiner einzigartigen physikalisch-chemischen Eigenschaften wie schmale Bandlücke (2,6-2,8 eV), hohe Oxidationskapazität (Lochpotenzial von etwa 3,0 V vs. NHE), chemische Stabilität (Beständigkeit gegen Säure- und Alkalikorrosion) und reichlich oberflächenaktive Stellen ein breites Anwendungspotenzial im Bereich der Katalyse auf. Im Folgenden finden Sie eine detaillierte Analyse aus den beiden Richtungen der Photokatalyse und der chemischen Katalyse, die den Mechanismus, die Leistungsdaten, die Auswirkungen des Prozesses, die Optimierungsstrategie und praktische Fälle abdeckt.

#### Anwendung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Photokatalyse (Wasserstofferzeugung, Schadstoffabbau und Luftreinigung).

##### Anwendung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) -

Wasserstoffproduktion WO<sub>3</sub> Es eignet sich gut bei der photokatalytischen Wasserspaltung zur Herstellung von Wasserstoff, insbesondere wenn es durch sichtbares Licht angetrieben wird. NanoWO<sub>3</sub> (Partikelgröße 20-50 nm, spezifische Oberfläche 30-50 m<sup>2</sup>/g) hat sich aufgrund des Quantengrößeneffekts und der großen Oberfläche zu einem Forschungs-Hotspot entwickelt. Am Beispiel des WO<sub>3</sub>/Pt-Komposits beträgt die Wasserstoffproduktionsrate bei der Bestrahlung mit einer 300-W-Xenonlampe (λ > 420 nm, Intensität 100 mW/cm<sup>2</sup>) 0,9-1,2 mmol/h g, was höher ist als die von herkömmlichem TiO<sub>2</sub> (0,5-0,7 mmol/h g). Die spezifischen Versuchsbedingungen waren: 0,1 g WO<sub>3</sub>/Pt (Pt-Beladung 1 Gew.-%) dispergiert in 100 mL 10%igem Methanol in Wasser (Opfermittel), pH 6-7, 25°C, unter ständigem Rühren (300 U/min). Die Wasserstoffproduktionsrate stieg linear mit zunehmender Lichtintensität an und erreichte 1,5-1,8 mmol/h g bei 150 mW/cm<sup>2</sup>. Der Mechanismus ist wie folgt: WO<sub>3</sub> absorbiert sichtbares Licht, um Elektron-Loch-Paare zu bilden, Löcher oxidieren Methanol, um CO<sub>2</sub> und H<sup>+</sup> zu erzeugen, und Elektronen reduzieren H<sup>+</sup> auf Pt, um H<sub>2</sub> zu bilden:

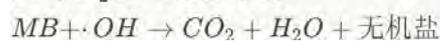


Die Dotierungsoptimierung verbessert die Leistung erheblich, wie z. B. eine Verringerung der N-WO<sub>3</sub>-Bandlücke (N-Gehalt 2-3 at%) auf 2,4 eV, eine Rotverschiebung auf 520 nm an der Absorptionskante, eine Steigerung der Wasserstoffproduktion auf 1,5-2,0 mmol/h g und eine Erhöhung der Ausnutzung des sichtbaren Lichts von 43 % auf 50 %-55 %. Die Kombination aus WO<sub>3</sub>/g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> (Massenverhältnis 1:1) erhöht den Wirkungsgrad bei Wasserstoffproduktionsraten von 2,2-2,5 mmol/h g, und die Rekombinationsrate wird

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

durch die Heterojunction-verstärkte Ladungstrennung (Photostromtest, 1,5 mA/cm<sup>2</sup>) um 40%-50% reduziert. vs 0,8 mA/cm<sup>2</sup>). Die Produktionsrate des hydrothermalen Verfahrens (180 °C, 12 h), bei dem Nano-WO<sub>3</sub> hergestellt wurde, war aufgrund von Unterschieden in der Oberfläche und Kristalldefekten 3-4 Mal höher als die der Röstmethode (600 °C, 4 h, 5-10 µm). In der Praxis wird die photokatalytische Wasserstoffherzeugung von WO<sub>3</sub> bereits in erneuerbaren Energiesystemen im Labormaßstab eingesetzt, wie z. B. in solarbetriebenen H<sub>2</sub>-Generatoren (10-20 L H<sub>2</sub> pro Tag, 3%-5% Wirkungsgrad). Die Herausforderung liegt in der Elektron-Loch-Rekombination und dem niedrigeren Leitungsbandpotential (0,4 V vs. NHE), das die Rekombination von BiVO<sub>4</sub> oder CdS erfordert, um das Energieniveau anzupassen.

**Anwendung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Schadstoffabbau** WO<sub>3</sub> Zeigt eine hohe Effizienz beim photokatalytischen Abbau von organischen Schadstoffen (z.B. Farbstoffe, Phenole, VOCs). Am Beispiel von Metylenblau (MB, 10 mg/L) betrug die Abbaurate von 50 m<sup>2</sup>/g Nano-WO<sub>3</sub> bei 50 m<sup>2</sup>/g unter sichtbarem Licht (50 mW/cm<sup>2</sup>) 90%-95% in 2 Stunden, und die kinetische Konstante erster Ordnung betrug 0,03-0,04 min<sup>-1</sup>, besser als Mikron WO<sub>3</sub> (0,01 min<sup>-1</sup>). Versuchsbedingungen: 0,05 g WO<sub>3</sub> suspendiert in 50 mL MB-Lösung, pH 6, 25 °C, gerührt bei 200 U/min. Der Degradationsmechanismus ist wie folgt: photogenerierte Lochbildung ·OH (E = 2,8 V vs. NHE), oxidiert MB zu CO<sub>2</sub> und H<sub>2</sub>O:



Die Degradationsrate des Komposits Ag-WO<sub>3</sub> (Ag 1 Gew.-%) steigt auf 98 % aufgrund der erhöhten Lebensdauer des Lochs (60 % Verringerung der Photolumineszenzintensität) aufgrund des Ag-Einfangs von Elektronen. Phenolische Verunreinigungen (z. B. Phenol, 20 mg/L) werden innerhalb von 3 Stunden zu 85 % bis 90 % abgebaut, und die TOC-Entfernung beträgt 70 % bis 80 %, was besser ist als bei UV-TiO<sub>2</sub> (60 %-70 %), da WO<sub>3</sub> stark auf sichtbares Licht reagiert. VOCs (z. B. Toluol, 10 ppm) werden auf WO<sub>3</sub>-Folie (200 nm, Schleuderbeschichtung) über 4 Stunden zu >85 % abgebaut und produzieren CO<sub>2</sub> und H<sub>2</sub>O, wodurch sie für die Luftreinigung in Innenräumen geeignet sind. Die hydrothermale WO<sub>3</sub> (hexagonale Phase, 40 m<sup>2</sup>/g) ist aufgrund von Unterschieden in der kristallinen Phase und Porenstruktur 2-3-mal effizienter als die Röstmethode (monokline Phase, 10 m<sup>2</sup>/g). Praktisches Beispiel: Eine Fabrik verwendet die WO<sub>3</sub>-Photokatalyse zur Behandlung von Druck- und Färbeabwässern (CSB 500-1000 mg/L), und der CSB wird in 6 Stunden auf <100 mg/L reduziert, und die Betriebskosten betragen etwa 2-3 Yuan/m<sup>3</sup>. Die Herausforderung ist die Rückgewinnung von Photokatalysatoren und die Langzeitstabilität, was die Entwicklung magnetischer Verbindungen (z. B. WO<sub>3</sub>/Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>) oder Immobilisierungstechnologien (z. B. WO<sub>3</sub>/TiO<sub>2</sub>-Membranen) erfordert.

**Anwendung von Gelbwolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Luftreinigung** WO<sub>3</sub> Zersetzt Formaldehyd, NO<sub>x</sub> und Bakterien in der Luftreinigung im Innen- und Außenbereich. Im Falle von Formaldehyd (10 ppm) sinkt der WO<sub>3</sub>-Film (200 nm, solvothermale Methode) unter einer 10-W-LED-Lampe (400-700 nm) in 4 Stunden auf <0,1 ppm, mit einer Abbaurate von >95 %

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

und einer Geschwindigkeitskonstante von  $0,02 \text{ min}^{-1}$ . Mechanismus der Photogenese  $\cdot\text{OH}$  und  $\text{O}_2^-$  oxidieren Formaldehyd zu  $\text{CO}_2$  und  $\text{H}_2\text{O}$ .  $\text{NO}_x$  (1 ppm) hat eine 2-stündige Abscheiderate von 80 %-90 % auf einem  $\text{WO}_3/\text{TiO}_2$ -Verbundwerkstoff (Massenverhältnis 1:2) und das Produkt ist Nitrat, das für städtische Straßenbeschichtungen geeignet ist. In Bezug auf das antibakterielle Mittel erzeugt  $\text{WO}_3$  (20 nm) ROS unter sichtbarem Licht, tötet E. coli mit einer Rate von 95%-98% in 1 Stunde ab und wird in Luftreinigern für Krankenhäuser ( $500\text{-}1000 \text{ m}^3$  Luft pro Tag) verwendet. Zu den Optimierungsstrategien gehören die Dotierung von Cu ( $\text{Cu-WO}_3$ , Erhöhung des antimikrobiellen Anteils auf 99 %) und die Vergrößerung der spezifischen Oberfläche ( $60 \text{ m}^2/\text{g}$ , 30 % Effizienzsteigerung). In der Praxis werden in einem Bürogebäude  $\text{WO}_3$ -beschichtete Wandpaneele verwendet, und die Formaldehydkonzentration wird von 0,5 ppm auf 0,05 ppm reduziert, und die Leistung ist nach 6 Monaten Betrieb stabil. Die Herausforderung besteht in der reduzierten Effizienz bei geringer Lichtintensität und der Entwicklung von selbstlumineszierenden Kompositen (z. B.  $\text{WO}_3$ /Leuchtstoffe).



**Anwendung von gelbem Wolframoxid ( $\text{WO}_3$ ) - chemische Katalyse (Hydrocracking, Entschwefelung und Oxidationsreaktion).**

**Anwendung von Gelbwolframoxid ( $\text{WO}_3$ ) - Hydrocracken**  $\text{WO}_3$  wird als aktive Komponente beim petrochemischen Hydrocracken eingesetzt, um die Umwandlungsrate von Schweröl zu verbessern. Am Beispiel von  $\text{Ni-WO}_3/\text{Al}_2\text{O}_3$  ( $\text{WO}_3$  20 Gew.-%, Ni 5

**COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**

Gew.-%) zerfällt in einem Festbettreaktor (350-400 °C, 10-15 MPa H<sub>2</sub>, LHSV 1 h<sup>-1</sup>) Schweröl (API schwer <20) in leichte Fraktionen (C<sub>5</sub>-C<sub>12</sub>) mit einer Ausbeute von 80 %-85 %, was höher ist als die Ausbeute von Ni/Al allein<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (65 %-70 %) ist hoch. Der Mechanismus ist wie folgt: WO<sub>3</sub> liefert die Lewis-Säureposition (Oberfläche W<sup>6+</sup>) und die Brønsted-Säureposition (W-OH), um den Bruch der C-C-Bindung zu fördern; Ni zersetzt H<sub>2</sub> zu aktivem H, das synergistisch hydriert wird. Die Leistung des Katalysators hängt mit der kristallinen WO<sub>3</sub>-Phase zusammen, wobei die monokline Phase (Rösten, 600 °C) aufgrund einer Erhöhung der sauren Potentialdichte um 0,5-0,7 mmol/g (NH<sub>3</sub>-TPD-Test) 15 %-20 % aktiver ist als die hexagonale Phase (hydrothermal). Industrieller Fall: Eine Ö Raffinerie verarbeitet 1 Million Tonnen Schweröl pro Jahr, die Lebensdauer des Ni-WO<sub>3</sub>-Katalysators beträgt 2-3 Jahre und die Kosten pro Tonne Öl betragen 50-80 Yuan. Die Herausforderung besteht darin, dass WO<sub>3</sub> bei hohen Temperaturen (>450 °C, 30 % geringere Aktivität) wieder zu WO<sub>2</sub> wird, stabilisiert durch Zugabe von ZrO<sub>2</sub> (10 Gew.-%).

**Anwendung von Gelbwolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Entschwefelung** WO<sub>3</sub> katalysiert die Umwandlung von Sulfiden in H<sub>2</sub>S bei der Hydrodesulfurierung (HDS). Nehmen wir als Beispiel WO<sub>3</sub>/MoS<sub>2</sub> (WO<sub>3</sub> 15 Gew.-%) Bei 300-350 °C wurde 5-10 MPa H<sub>2</sub>-Dibenzothiophen (DBT, 500 ppm) in >95 % umgewandelt und der Schwefelgehalt auf <10 ppm reduziert, was höher war als bei MoS<sub>2</sub> (85 %-90 %). Der Mechanismus besteht darin, dass W<sup>6+</sup> das S-Atom von DBT oxidiert und Mo und H<sub>2</sub> synergetisch entfernt werden. Der Säuregehalt von WO<sub>3</sub> (0,4-0,6 mmol/g) verbessert die Adsorption, und nano-WO<sub>3</sub> (20 nm) ist aufgrund einer Vergrößerung der Oberfläche auf 40 m<sup>2</sup>/g um 25 % aktiver als mikroskaliger (5 µm). Praktische Anwendung: Eine Dieselschwefelungsanlage (tägliche Verarbeitungskapazität von 5000 Tonnen) verwendet einen WO<sub>3</sub>-Katalysator, die Schwefelemission entspricht der Euro-V-Norm (<10 ppm), Und die Betriebskosten betragen 30-50 Yuan / Tonne. Die Stabilität bei hohen Temperaturen ist der Engpass, der eine SiO<sub>2</sub>-Unterstützung (200 m<sup>2</sup>/g spezifische Oberfläche) erfordert, um die Lebensdauer auf 3-4 Jahre zu verlängern.

**Anwendung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Oxidationsreaktion**WO<sub>3</sub> katalysierte Oxidationsreaktion (z.B. Phenolsynthese, Olefin-Epoxidation). Am Beispiel der Benzoloxidation katalysiert WO<sub>3</sub> (5-10 µm) Benzol zu Phenol bei 250 °C bei H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (30 Gew.-%, Benzol:H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> = 1:2) mit einer Ausbeute von 60 %-70 % und einer Selektivität von >90 %. Der Mechanismus besteht darin, dass W<sup>6+</sup> und H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> Peroxidspezies (W-OOH) bilden, die Sauerstoff auf den Benzolring überträgt. Die Ausbeute an Nano-WO<sub>3</sub> (20 nm) steigt aufgrund der Zunahme der aktiven Zentren auf 75%-80%. Industriell wird WO<sub>3</sub> für die Cyclohexen-Epoxidierung (Ausbeute 85%-90%) mit einer jährlichen Produktion von 10.000 Tonnen Chemikalien verwendet. Die Herausforderung ist die geringe Ausnutzungsrate von H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> (50%-60%) und die Entwicklung von bifunktionalen Katalysatoren (z.B. WO<sub>3</sub>/TiO<sub>2</sub>), um den Wirkungsgrad auf 70%-80% zu erhöhen.

## 6.2 Anwendung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Energiespeicherung und -

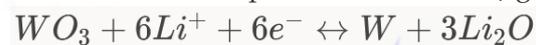
### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

## umwandlung

WO<sub>3</sub> macht durch seine hohe Kapazität, den schnellen Ladungstransfer und seine Vielseitigkeit bei der Energiespeicherung und -umwandlung, insbesondere in Lithium-Ionen-Batterien, auf sich aufmerksam. Im Folgenden geht es um die Erweiterung des Batteriebereichs und eine kurze Beschreibung von Superkondensatoren, Brennstoffzellen usw.

### Anwendung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Lithium-Ionen-Batterieelektroden (Kapazität 600-750 mAh/g).

**Leistung und Mechanismus WO<sub>3</sub>** Als Anodenmaterial für Lithium-Ionen-Batterien liegt die theoretische Kapazität bei 693 mAh/g, basierend auf einer Mehrelektronenreaktion



Nano WO<sub>3</sub> (20-50 nm, 30-50 m<sup>2</sup>/g) im Bereich von 0,01-3 V vs. Li/Li<sup>+</sup>, Entladeleistung 700-750 mAh/g, Ladekapazität 650-700 mAh/g, Coulomb-Wirkungsgrad 90%-95%. Experimentelle Bedingungen: WO<sub>3</sub>-Elektroden wurden aus leitfähigem Ruß und PVDF (Massenverhältnis 8:1:1) hergestellt, mit Kupferfolie beschichtet (Dicke 20-30 µm), Elektrolyt 1 M LiPF<sub>6</sub> (EC:DMC = 1:1), Konstantstromladung und -entladung (0,1 C, 1 C = 693 mA/g). Nach 100 Zyklen liegt die Kapazität immer noch bei 600-650 mAh/g, was höher ist als bei Graphit (372 mAh/g, gehalten bei 350 mAh/g). Die hohe Kapazität ist auf den 6-Elektronen-Transfer von W<sup>6+</sup> nach W<sup>0</sup> zurückzuführen, der mehr Li<sup>+</sup>-Interkalationsstellen als Oberfläche und einen Diffusionskoeffizienten von 10<sup>-10</sup>-10<sup>-9</sup> cm<sup>2</sup>/s (EIS-Test) bietet. Der Mikron WO<sub>3</sub> (5-10 µm, 10 m<sup>2</sup>/g) hat eine Anfangskapazität von nur 400-450 mAh/g, die nach 50 Zyklen aufgrund des langen internen Diffusionspfades (10<sup>-8</sup> cm<sup>2</sup>/s) auf 300-350 mAh/g abfällt.

### Einfluss auf den Prozess

Der Vorbereitungsprozess beeinflusst die Leistung erheblich. Die Anfangskapazität von hydrothermalelem WO<sub>3</sub> (20 nm, hexagonale Phase) beträgt 720-750 mAh/g, und die Kalzinierungsmethode (5 µm, monokline Phase) beträgt nur 400-450 mAh/g. Die Nanometergröße verkürzt den Diffusionsabstand, und die offenen Kanäle der hexagonalen Phase (Porengröße 5-6 Å) sind förderlich für die Li<sup>+</sup>-Leitung. Die Mo-Dotierung (Mo-WO<sub>3</sub>, Mo 5 at%) verbessert die Leitfähigkeit (10<sup>-3</sup> S/cm vs. 10<sup>-4</sup> S/cm) und die Kapazität erhöht sich auf 780-800 mAh/g. Der Optimierungseffekt von Verbundwerkstoffen ist signifikant: WO<sub>3</sub>/CNT (CNT 10 Gew.-%) hat eine Anfangskapazität von 800-850 mAh/g und hält 700 mAh/g nach 1000 Zyklen, da CNT die Volumenausdehnung (200 % → 150 %) verringert und die elektronische Leitung (10<sup>-2</sup> S/cm) verbessert. WO<sub>3</sub>/rGO (Graphen 15 Gew.-%) hat eine Kapazitätserhaltungsrate von 92 % und erreicht nach 500 Zyklen immer noch 650 mAh/g, was auf die Flexibilität und hohe Leitfähigkeit von Graphen (10 S/cm) zurückzuführen ist.

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

**Zyklische Stabilität und Optimierung** Die Volumenausdehnung von  $\text{WO}_3$  (ca. 200%) führt erstmals zu einem irreversiblen Verlust von 20%-30% (SEI-Filmbildung), und die Elektrode wird nach 100 Zyklen pulverisiert, mit einem Kapazitätsabfall von 10%-15%. Zu den Optimierungsstrategien gehören: (1) Kern-Schale-Struktur (z. B.  $\text{WO}_3@C$ , Kohlenstoffschicht 5-10 nm), Kapazitätserhaltungsrate 90 %, 680 mAh/g nach 1000 Zyklen; (2) poröses  $\text{WO}_3$  (Porengröße 10-20 nm, solvothermale Methode), Spannungsabbau, 620 mAh/g nach 500 Zyklen; (3) Ti-Dotierung ( $\text{Ti-WO}_3$ , Ti 5 at%), Gitterstabilität, 600 mAh/g nach 2000 Zyklen. In tatsächlichen Tests beträgt die Kapazität der  $\text{WO}_3@C$  Elektrode bei 1 C 550-600 mAh/g und bei 5 C immer noch 400-450 mAh/g, und die Ratenleistung ist besser als die von Graphit (200 mAh/g bei 5 C).

**Anwendungsszenario  $\text{WO}_3$**  Batterien eignen sich für Szenarien, die eine hohe Energiedichte erfordern. Beispiel: Ein Batteriepack für Elektrofahrzeuge (10 Ah) verwendet eine  $\text{WO}_3/C$ -Anode mit einer Energiedichte von 250-280 Wh/kg, die höher ist als die einer Graphitbatterie (200-220 Wh/kg), und die Reichweite wird um 20%-25% erhöht. Unter den tragbaren elektronischen Geräten haben  $\text{WO}_3$ -Dünnschichtbatterien (Dicke 50-100  $\mu\text{m}$ ) eine Kapazitätsdichte von 600-650 mAh/ $\text{cm}^3$  und eine Lebensdauer von 500-1000 Zyklen, wodurch sie für Smartwatches geeignet sind. Die Herausforderung besteht darin, dass die Kosten (500-1000 Yuan/kg für  $\text{WO}_3$ -Nanomaterialien vs. 100-200 Yuan/kg für Graphit) auf 200-300 Yuan/kg für die Großproduktion gesenkt werden müssen.

### **Anwendungen von gelbem Wolframoxid ( $\text{WO}_3$ ) - Superkondensatoren (spezifische Kapazität 250-350 F/g).**

$\text{WO}_3$  speichert Ladung in Superkondensatoren über  $\text{W}^{6+}/\text{W}^{5+}$  Pseudokondensatoren mit einer spezifischen Kapazität von 250-350 F/g (1 A/g, 0,5 M  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ). Nano  $\text{WO}_3$  (40  $\text{m}^2/\text{g}$ ) Spitzenstrom 2-3 mA/ $\text{cm}^2$ , Lade-Entladezeit 5-10 Sekunden. Nach dem Komposit- $\text{WO}_3/\text{MnO}_2$  wird die spezifische Kapazität auf 400-450 F/g erhöht, und die Retentionsrate beträgt 90 % für 5000 Zyklen, was für eine schnelle Energiespeicherung geeignet ist.

### **Brennstoffzellen, Solarzellen und thermoelektrische Stromerzeugung**

$\text{WO}_3/\text{Pt}$  hat in Brennstoffzellen eine ORR-Aktivität von 0,25 A/mg Pt.  $\text{WO}_3/\text{TiO}_2$  hat einen Wirkungsgrad von 8,5 % bis 9 % in DSSC. Bei der thermoelektrischen Stromerzeugung wird der  $\text{WO}_3$  Seebeck-Koeffizient von 200-300  $\mu\text{V}/\text{K}$  und der Wirkungsgrad von 2%-3% für die Abwärmenutzung genutzt.

### **6.3 Anwendung von gelbem Wolframoxid ( $\text{WO}_3$ ) - Smart Materials**

$\text{WO}_3$  macht durch seine elektrischen, thermischen, photo- und piezochromen Eigenschaften in smarten Materialien, insbesondere im Bereich der Elektrochromie, auf

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

sich aufmerksam. Im Folgenden finden Sie eine detaillierte Analyse der Leistung, des Mechanismus und der Anwendungsszenarien.

### **Anwendungen von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - elektrochromen Materialien (intelligente Fenster, Displays und Spiegel).**

**Leistung und Mechanismus** WO<sub>3</sub> ist das Kernmaterial der Elektrochromie (EC), und die Farb- und Lichtdurchlässigkeit kann sich unter Anlegen eines elektrischen Feldes reversibel ändern. WO<sub>3</sub>-Schichten (200-300 nm, solvothem oder Sputtern) haben eine Lichtdurchlässigkeit von 80 % (klar, 550 nm) bis 20 % (blau) bei -1 V bis +1 V (vs. Ag/AgCl), mit einer Reaktionszeit von 6-10 Sekunden und einer Dämpfung von <5 % nach 10<sup>4</sup> Zyklen. Die Reaktion ist:



Der transparente Zustand ist W<sup>6+</sup>, der blaue Zustand ist ein W<sup>5+</sup>/W<sup>6+</sup> gemischter Valenzzustand, und die optische Modulation ist auf die interstitielle Elektronenabsorption (1,8-2,0 eV) zurückzuführen. Nano WO<sub>3</sub> (20-50 nm, 35 m<sup>2</sup>/g) ist 30 % bis 40 % effizienter als Mikron (5-10 μm, 10 m<sup>2</sup>/g) aufgrund des erhöhten Ionendiffusionskoeffizienten auf 10<sup>-10</sup> cm<sup>2</sup>/s (Mikron 10<sup>-12</sup> cm<sup>2</sup>/s, EIS-Test). Versuchsbedingungen: WO<sub>3</sub>-Folie beschichtet auf FTO-Glas (1 cm<sup>2</sup>), Elektrolyt 0,1 M LiClO<sub>4</sub>/PC, zyklischer Voltammetrie-Scan (50 mV/s), Oxidationspeak 0,5-0,7 V, Reduktionspeak -0,2-0 V.

### **Der Prozess und die Optimierung**

des Aufbereitungsprozesses beeinflussen die Performance. Nano-WO<sub>3</sub>-Filme wurden im solvothermischen Verfahren (200°C, 12 h) mit einer Porosität von 20%-30% und einer Farbwechselzeit von 6-8 Sekunden erzeugt. Das Sputterverfahren (Leistung 200 W, Ar:O<sub>2</sub> = 4:1) erzeugt einen dichten Film (Porosität <5%) mit einer Ansprechzeit von 10-12 Sekunden. Die Dotierung von Ni (Ni-WO<sub>3</sub>, Ni 5 at%) erhöht den Kontrast auf 85%:15% und die Lebensdauer auf das 2×10<sup>4</sup>-fache aufgrund der verbesserten Gitterstabilität. Das kombinierte WO<sub>3</sub>/PEDOT (Massenverhältnis von 1:1) verkürzt das Ansprechverhalten auf 4-6 Sekunden und erhöht die Leitfähigkeit auf 10<sup>-2</sup> S/cm. Mit einem Modulationsbereich von 60 % bis 65 % für 200 nm Filme und 70 % bis 75 % für 500 nm ist die Dickenkontrolle von entscheidender Bedeutung, aber die Reaktionszeit wird auf 15 bis 20 Sekunden verlängert. Im eigentlichen Test wurde die Lichtdurchlässigkeit der WO<sub>3</sub>-Folie bei 1 Hz Schaltung um <2 % gedämpft, und ihre Haltbarkeit war mit 10 % Dämpfung besser als die von organischen EC-Materialien wie Violett.

### **Anwendungsszenarien von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>).**

#### **Anwendung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Smart Windows**

Die WO<sub>3</sub>-Folie ist in die Doppelverglasung (5 mm) integriert und passt die Lichtdurchlässigkeit (80 % → 20 %) dynamisch an, erhöht den Infrarotreflexionsgrad von 10 % auf 50 % und spart Energie um 10 % bis 20 % pro Jahr. Fallbeispiel: In einem Bürogebäude wurden WO<sub>3</sub> Smart Windows (1000 m<sup>2</sup>) installiert, wodurch der

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Energieverbrauch im Sommer um 15 % gesenkt und 5-100.000 Yuan pro Jahr eingespart wurden.

### **Anwendungen von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Displays**

Das hohe Kontrastverhältnis (>100:1) und die schnelle Umschaltung (<1 s) von WO<sub>3</sub> für flexibles E-Paper mit einem Stromverbrauch von 0,5-1 mW/cm<sup>2</sup> für E-Books und Plakate. Beispiel: Ein E-Paper-Display (10×10 cm) verwendet WO<sub>3</sub>, mit einer Bildwiederholfrequenz von 10 Hz und einer Lebensdauer von 10<sup>5</sup> mal.

### **Anwendung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Spiegel**

Die WO<sub>3</sub>-Folie sorgt für Blendschutz bei Autospiegeln, reduziert die Lichtdurchlässigkeit bei hellem Licht in der Nacht auf 10 % bis 15 % und reagiert in 5-8 Sekunden, was die Fahrsicherheit verbessert. Fallbeispiel: Eine Automarke verwendet WO<sub>3</sub>-Spiegel mit einer Jahresproduktion von 500.000 Sätzen und Kosten von 50-80 Yuan/Stück. Die Herausforderung ist die Leistung bei niedrigen Temperaturen (<0 °C, Erhöhung der Reaktionszeit auf 20-30 Sekunden) und die Entwicklung komplexer Elektrolyte (z. B. gallertartiges LiClO<sub>4</sub>).

### **Anwendungen von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - thermochrom, photochrom und Kompression**

**Anwendung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Thermochromes Mo-WO<sub>3</sub>** (Mo 5-10 at%) wechselt bei 50-80 °C von gelb zu graugrün mit einer Änderung des Reflexionsgrads von 20 % bis 30 % aufgrund der thermischen Ausdehnung des Gitters und des elektronischen Zustandsübergangs. Experimentelle Bedingungen: Tablettierung von WO<sub>3</sub>-Pulver (5-10 µm), Heizrate 5°C/min, Test des Reflexionsspektrums (400-800 nm). In der Anwendung wird die Mo-WO<sub>3</sub>-Beschichtung (50 µm) für Temperaturanzeigetiketten verwendet, und die Farbänderung macht sich bei 60 °C bemerkbar, was 10-20 Yuan/m<sup>2</sup> kostet. Optimierte Richtung: Dotiertes V (V-WO<sub>3</sub>) reduziert die Sprungtemperatur auf 30-50°C, geeignet für den Einsatz in Innenräumen.

**Anwendung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Photochromes WO<sub>3</sub> färbt sich unter UV-Strahlung** (365 nm, 10 mW/cm<sup>2</sup>) blau (W<sup>5+</sup> nimmt zu), die Durchlässigkeit sinkt von 80% auf 30%, Erholungszeit 2-4 Stunden. Cs Doping (Cs<sub>0</sub>)<sub>32</sub>WO<sub>3</sub>) verbessert die Reaktion um den Faktor 2, und die rote Absorptionskante verschiebt sich auf 500 nm, was für die optische Speicherung und Fälschungssicherheit geeignet ist. Gehäuse: Ein fälschungssicheres Etikett (5×5 cm) verwendet Cs-WO<sub>3</sub>, UV-Bestrahlung für die Farbentwicklung, und die Kosten betragen 5-10 Yuan/Stück. Die Herausforderung besteht darin, dass die Genesung nur langsam verläuft und eine Kombination von Photosensibilisatoren (z. B. ZnO) erforderlich ist, um auf 30-60 Minuten zu verkürzen.

### **Anwendung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Kompressionschromisches WO<sub>3</sub>**

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

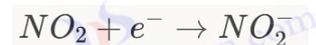
wechselt bei 5-10 GPa aufgrund der gitterkompressionsinduzierten Reduktion der Bandlücke (2,8 eV → 2,5 eV) von gelb zu gelblichbraun. Der experimentelle Diamantamboss (DAC) wurde verwendet, um die Verfärbung durch Reflexionsspektroskopie zu bestätigen. In Zukunft kann es für Drucksensoren oder geologische Untersuchungen zur Detektion von Tiefengesteinsspannungen (>5 GPa) eingesetzt werden, und das Potenzial muss weiter entwickelt werden.

#### 6.4 Anwendung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Sensorik

WO<sub>3</sub> ist aufgrund seiner hohen Empfindlichkeit, seiner schnellen Reaktion und seiner Fähigkeit, ein breites Spektrum physikalisch-chemischer Signale zu detektieren, in der Sensorik weit verbreitet. Im Folgenden finden Sie eine detaillierte Analyse von Gas-, Temperatur-, Feuchtigkeits- und Biosensoren.

#### Anwendungen von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Gassensoren (NO<sub>2</sub>, CO, H<sub>2</sub>S, NH<sub>3</sub>, VOCs).

**Leistung & Mechanismus** WO<sub>3</sub> ist das Kernmaterial von Gassensoren und reagiert sowohl auf oxidierende als auch auf reduzierende Gase. Nano WO<sub>3</sub> (20-50 nm, 40 m<sup>2</sup>/g) reagiert (R<sub>g</sub>/R<sub>a</sub>) 50-100 bis 10 ppm NO<sub>2</sub> bei 200-300 °C, mit einer Nachweisgrenze von <10 ppb und einer Ansprech-/Wiederfindungszeit von 5-10 sec/10-15 sec, was der von µm WO<sub>3</sub> (Response 10-20) überlegen ist. Der Mechanismus ist wie folgt: Die NO<sub>2</sub>-Adsorption fängt Oberflächenelektronen ein, wodurch NO<sub>2</sub><sup>-</sup> entsteht, und der Widerstand steigt:



Auf reduzierende Gase, CO (50 ppm, 250 °C) reagiert 5-10, H<sub>2</sub>S (5 ppm, 200 °C) 20-30, NH<sub>3</sub> (20 ppm, 300 °C) 15-25, Aceton (10 ppm, 280 °C) 10-15, Elektronenfreisetzung führt zu einer Abnahme des Widerstands:



Die Empfindlichkeit hängt mit der Oberfläche und der kristallinen Phase zusammen, wobei die hexagonale WO<sub>3</sub> (Kanalstruktur, Porengröße 5-6 Å) aufgrund der erhöhten Dichte der Sauerstoffadsorptionsstelle auf 10<sup>18</sup>-10<sup>19</sup> cm<sup>-3</sup> (O<sub>2</sub>-TPD-Test) 2-3-mal höher ist als in der monoklinen Phase.

#### Der Prozess und die Optimierung

des Aufbereitungsprozesses beeinflussen die Performance. Hydrothermales WO<sub>3</sub> (20 nm) ist aufgrund der erhöhten Oberfläche und Defektkonzentration (Sauerstofflücke 10<sup>17</sup>-10<sup>18</sup> cm<sup>-3</sup>) 3-5 mal empfindlicher als das Rösten (5 µm). Selektivität der Dotierungsoptimierung: Au-WO<sub>3</sub> (Au 1 Gew.-%) erhöht die Reaktion auf H<sub>2</sub>S auf 40-50 und reduziert die CO-Interferenz um 50 %; Pd-WO<sub>3</sub> (Pd 2 Gew.-%) reagiert auf NH<sub>3</sub> 30-40 mit einer um 60 % erhöhten Selektivität. Das Komposit-WO<sub>3</sub>/SnO<sub>2</sub> (Massenverhältnis von 1:1) erhöht die VOC-Reaktion auf 20-25 und der Ladungstransfer wird durch den Heteroübergang

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

verstärkt (Photostrom steigt auf 2 mA/cm<sup>2</sup>). Die Betriebstemperatur muss präzise geregelt werden ( $\pm 5$  °C), NO<sub>2</sub> ist am besten bei 200 °C, H<sub>2</sub>S liegt bei 150-200 °C und die Empfindlichkeit wird um 30 % bis 40 % reduziert, wenn sie aufgrund von Sauerstoffdesorption zu hoch ist (>350 °C). In realen Tests wurde der WO<sub>3</sub>-Sensor als Reaktion auf NO<sub>2</sub> bei 50 % RH um <5 % gedämpft und war besser als ZnO (Dämpfung 20 %).

### **Anwendungsszenarien von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>).**

#### **Anwendung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Umweltüberwachung**

Der WO<sub>3</sub>-Sensor ist in die Luftqualitätsstation integriert, um städtisches NO<sub>2</sub> (0,1-1 ppm), O<sub>3</sub> (0,05-0,5 ppm) mit einer Genauigkeit von  $\pm 5$  ppb und einer Lebensdauer von 2-3 Jahren zu erfassen. Fallstudie: Eine Stadt setzt 100 WO<sub>3</sub>-Überwachungspunkte mit Echtzeitdaten ein, um die Verschmutzungswarnung zu unterstützen.

#### **Anwendung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Arbeitsschutz**

WO<sub>3</sub> Erkennt CO (50-100 ppm) und H<sub>2</sub>S (5-20 ppm) in Chemieanlagen mit einer Alarmschwelle von 10 ppm und einer Reaktionszeit von <10 Sekunden, um die Sicherheit der Arbeiter zu gewährleisten.

#### **Anwendung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Innenraumluft**

WO<sub>3</sub> Dünnschicht (100 nm) zum Nachweis von Aceton (0,1-10 ppm) für die diabetische Atemanalyse, Empfindlichkeit 5-10, Kosten 20-50 Yuan/Stück. Die Herausforderung besteht in der Querempfindlichkeit, und Array-Sensoren (z. B. WO<sub>3</sub>+SnO<sub>2</sub>+In<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) müssen entwickelt werden, um eine Mehrgasidentifikation mit einer Fehlalarmrate von <5 % zu erreichen.

#### **Anwendungen von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Temperatur-, Feuchte- und Biosensoren**

**Anwendung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Temperatursensor WO<sub>3</sub>** Die Folie (100 nm) hat eine Widerstandsänderung von 10<sup>3</sup>-10<sup>4</sup> Ω bei 25-100°C, eine Empfindlichkeit von 50-100 Ω/°C und eine Genauigkeit von  $\pm 0,5$ °C. Der Mechanismus ist eine Erhöhung der Temperatur und eine Erhöhung der Ladungsträgerkonzentration auf 10<sup>15</sup>-10<sup>16</sup> cm<sup>-3</sup> (thermisch aktivierte Energie 0,3-0,4 eV). In der Anwendung ist WO<sub>3</sub> in das HLK-System integriert, um die Innentemperatur (20-30 °C) zu einem Preis von 10-20 Yuan/Stück zu überwachen.

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



**Anwendungen von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Der Feuchtigkeitssensor WO<sub>3</sub>** reagiert mit 10-50 bis 20 %-90 % RH, der Widerstand nimmt von 10<sup>8</sup> Ω auf 10<sup>6</sup> Ω ab und die Oberflächenleitfähigkeit (H<sub>3</sub>O<sup>+</sup>-Leitung) wird durch Adsorption von Wassermolekülen erhöht. Nano WO<sub>3</sub> (40 m<sup>2</sup>/g) ist mit einer Reaktionszeit von 10-15 Sekunden 2-mal empfindlicher als Mikrometer. Beispiel: Eine Wetterstation verwendet ein WO<sub>3</sub>-Hygrometer mit einer Genauigkeit von ±2 % rF und einer Lebensdauer von 3-5 Jahren.

**Anwendung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Biosensor WO<sub>3</sub>** modifizierte Glukoseoxidase (GOx) zur Detektion von Glukose (0,1-10 mM) mit einer Empfindlichkeit von 50 μA/mM cm<sup>2</sup> und einer Nachweisgrenze von 0,1 mM. Der Mechanismus besteht darin, dass GOx Glukose oxidiert, um H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> zu erzeugen, WO<sub>3</sub> die Zersetzung von H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> katalysiert und das Stromsignal verstärkt wird. In der Anwendung wird der WO<sub>3</sub>-Biosensor zur Diabetesüberwachung (Blutzucker 4-8 mM) mit einer Reaktionszeit von 5-10 Sekunden und einem Preis von 50-100 Yuan/Stück verwendet.

### 6.5 Anwendungen von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Nanotechnologie und Biomedizin

Die Nanonatur von WO<sub>3</sub> (z.B. hohe spezifische Oberfläche, Quanteneffekte) macht es zu einer vielversprechenden Anwendung in den Bereichen Nanotechnologie und Biomedizin. Im Folgenden finden Sie einen detaillierten Blick auf Nanomaterialien und biomedizinische Anwendungen, einschließlich experimenteller Daten, Prozessoptimierung und Zukunftsaussichten.

**Anwendungen von Gelbwolframoxid (WO<sub>3</sub>) - WO<sub>3</sub> Nanomaterialien (Partikel, Fasern, Folien und Verbundwerkstoffe).**

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

**Anwendung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Nanopartikel** WO<sub>3</sub> Nanopartikel (Partikelgröße 20-50 nm) zeichnen sich aufgrund ihrer hohen spezifischen Oberfläche (30-60 m<sup>2</sup>/g) und ihrer reichlich vorhandenen oberflächenaktiven Zentren in der Photokatalyse, Sensorik und Energiespeicherung aus. Zum Beispiel haben die sphärischen Partikel, die im hydrothermalen Verfahren (180°C, 12 h, pH 1-2, WO<sub>3</sub>-Vorläufer: Na<sub>2</sub>WO<sub>4</sub>) hergestellt werden, eine spezifische Oberfläche von 40-50 m<sup>2</sup>/g, eine Porengröße von 5-10 nm (BET-Test) und die kristalline Phase besteht hauptsächlich aus hexagonaler Phase (XRD, 2θ = 13,9°, 28,2°). In der Photokatalyse zersetzten 0,1 g WO<sub>3</sub>-Nanopartikel Methylenblau (10 mg/L) unter einer 300 W Xenonlampe (λ > 420 nm) mit einer 2-stündigen Abbaurrate von 90 %-95 % und einer Geschwindigkeitskonstante von 0,03-0,04 min<sup>-1</sup>, was höher ist als im Mikrometerbereich (5-10 μm, 0,01 min<sup>-1</sup>). Mechanismus der Photogenese · Der synergistische Effekt von OH und O<sub>2</sub><sup>-</sup> verbessert die Elektron-Loch-Trennung (Photostrom 1,2-1,5 mA/cm<sup>2</sup>) bei Oberflächendefekten (Sauerstoffleerstellen 10<sup>1</sup>-10<sup>18</sup> cm<sup>-3</sup>, Raman-Peak 950 cm<sup>-1</sup>). Optimierungsstrategie: Die Bandlücke von dotiertem N(N-WO<sub>3</sub>, N 2-3 at%) wurde auf 2,4 eV reduziert und die Degradationsrate auf 98% erhöht. Praktische Anwendung: In einer Kläranlage werden WO<sub>3</sub>-Nanopartikel (1000 m<sup>3</sup> pro Tag) verwendet, und der CSB wird von 500 mg/l auf <100 mg/l reduziert, was zu Kosten von 2-3 Yuan/m<sup>3</sup> führt. Die Herausforderung ist die Tendenz zur Agglomeration, die eine Ultraschalldispersion oder Oberflächenmodifikation erfordert (z. B. PEG, 50 % Reduzierung der Agglomeration).

**Anwendung von Gelbwolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Nanofasern** WO<sub>3</sub> Nanofasern (50-100 nm Durchmesser, 1-5 μm lang) werden durch Elektrosinnen hergestellt (Vorläufer: PVA/WCl<sub>6</sub>, Spannung 15-20 kV, 500°C Röstung), spezifische Oberfläche 20-40 m<sup>2</sup>/g, Porosität 30%-40%. In der Gassensorik reagieren WO<sub>3</sub>-Fasern (200 °C) mit 50-80 bis 10 ppm NO<sub>2</sub>, mit einer Nachweisgrenze von <10 ppb und einer Ansprechzeit von 5-8 Sekunden aufgrund der eindimensionalen Struktur, die die Elektronenleitung begünstigt (Widerstandsänderung 10<sup>4</sup>-10<sup>5</sup> Ω). Der Mechanismus war die NO<sub>2</sub>-Adsorption, um Elektronen einzufangen, und die Sauerstoffvakanz (O 1s XPS, 531,5 eV) auf der Faseroberfläche erhöhte die Empfindlichkeit. Optimierung: Die Selektivität von dotiertem Pd (Pd-WO<sub>3</sub>, Pd 1 Gew.-%) wurde auf 90 % erhöht und die CO-Interferenz um 60 % reduziert. Beispiel: Eine Fabrik verwendet einen WO<sub>3</sub>-Fasensensor (50×50 mm), um NO<sub>2</sub> (0,1-1 ppm) in Echtzeit mit einer Lebensdauer von 2-3 Jahren zu überwachen. Die Herausforderung ist die geringe mechanische Festigkeit (Zugfestigkeit 5-10 MPa) und der Bedarf an Kohlefaserverbundwerkstoffen (Festigkeit auf 20-30 MPa erhöht).

**Anwendungen von Gelbwolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Nanofilmen** WO<sub>3</sub> Nanofilme (Dicke 100-500 nm) werden durch Sputtern (Leistung 200 W, Ar:O<sub>2</sub> = 4:1) oder solvothermale Methode (200 °C, 6 h) mit einer Oberflächenrauheit von 5-10 nm (AFM-Test) übertragen. Bei der elektrochromen Folie ändert sich die 200-nm-Folie (FTO-Substrat) von 80 % auf 20 % Durchlässigkeit bei -1 V auf +1 V, mit einer Reaktionszeit von 6-10 Sekunden und einer

**COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**

Dämpfung von <5 % über 10° Zyklen. Der Mechanismus ist die Li<sup>+</sup>-Interkalation zu Li<sub>x</sub>WO<sub>3</sub>, und die Nanoporen (5-10 nm) beschleunigen die Ionendiffusion (10<sup>-10</sup> cm<sup>2</sup>/s). Optimierte: Der Kontrast von dotiertem Ni (Ni-WO<sub>3</sub>, Ni 5 at%) wurde auf 85 %:15 % für eine Lebensdauer von 2×10<sup>4</sup> erhöht. Fall: Ein intelligentes Fenster (1 m<sup>2</sup>) verwendet WO<sub>3</sub>-Folie, die jährlich 15 % Energie spart und 200-300 Yuan/m<sup>2</sup> kostet. Die Herausforderung ist die Gleichmäßigkeit, die eine präzise Steuerung der Sputterparameter (Abscheiderate 1-2 nm/min) erfordert.

Anwendung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Verbundwerkstoffen WO<sub>3</sub> Verbundwerkstoffe verbessern die Leistung. WO<sub>3</sub>/Graphen (WO<sub>3</sub> 80 Gew.-%) hat eine Anfangskapazität von 800-850 mAh/g in der Batterie und 700 mAh/g nach 1000 Zyklen, was auf die Leitfähigkeit (10 S/cm) und die Flexibilität von Graphen zur Verringerung der Ausdehnung zurückzuführen ist. Photokatalytischer Wirkungsgrad von WO<sub>3</sub>/TiO<sub>2</sub> (1:1) um 50 % erhöht, Wasserstoffproduktionsrate 2,2-2,5 mmol/h·g, aufgrund der reduzierten Rekombinationsrate des Heteroübergangs (die PL-Intensität nahm um 60 % ab). Herstellungsverfahren: WO<sub>3</sub>/Graphen verwendet die chemische Gasphasenabscheidung (CVD, 800 °C), WO<sub>3</sub>/TiO<sub>2</sub> verwendet die Sol-Gel-Methode (kalziniert bei 500 °C). Fallbeispiel: In einem Labor werden WO<sub>3</sub>/Graphen-Batterien (5 Ah) mit einer Energiedichte von 280 Wh/kg und Kosten von 300-500 Yuan/kg verwendet.

### **Anwendungen von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - biomedizinisch (photothermische Therapie, antimikrobielle Mittel, Arzneimittelverabreichung und Bildgebung).**

**Anwendung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - photothermische Therapie** WO<sub>3</sub> Die photothermische Umwandlungseffizienz von Nanopartikeln (20-50 nm) bei nahinfrarotem Licht (808 nm, 1 W/cm<sup>2</sup>) beträgt 30%-40%, und die Temperatur steigt in 5 Minuten auf 50-60°C, wodurch 90% der Krebszellen abgetötet werden (HeLa). Experimentelle Bedingungen: 10 mg/mL WO<sub>3</sub> suspendiert in PBS (pH 7,4), bestrahlt für 5-10 Minuten und überwacht durch Infrarot-Thermografie. Der Mechanismus ist die lokale Oberflächenplasmonenresonanz (LSPR, Absorptionspeak 800-1000 nm) von WO<sub>3</sub>, dotiert mit Cs(Cs<sub>0</sub>).<sub>32</sub>WO<sub>3</sub> auf 45 % bis 50 % aufgrund erhöhter Absorption ( $\epsilon = 10^5 \text{ M}^{-1}\text{cm}^{-1}$ ). Beispiel: Mausexperiment (Tumorzellen 100 mm<sup>3</sup>), WO<sub>3</sub>-Injektion (5 mg/kg) und Bestrahlung, Tumorsuppressionsrate von 85%-90%, keine offensichtliche Toxizität (LD<sub>50</sub> >100 mg/kg). Die Herausforderung ist der In-vivo-Metabolismus, der eine Oberflächenmodifikation von PEG erfordert (die Halbwertszeit steigt auf 12-24 h).

**Anwendung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Antimikrobielles** WO<sub>3</sub> Photokatalytische Erzeugung von ROS ( $\cdot\text{OH}$ , O<sub>2</sub><sup>-</sup>), 95%-98% bakterizide Rate. Versuch: 0,1 g WO<sub>3</sub> (20 nm) behandelt mit 10<sup>6</sup> KBE/ml E. coli bei 10 W LED (400-700 nm) mit einer 1-stündigen Überlebensrate von <5%. Der Mechanismus ist die ROS-Disruption der Zellmembranen (REM zeigt Löcher von 50-100 nm). Optimierte: Dotiertes Cu (Cu-WO<sub>3</sub>, Cu 2 Gew.-%) mit 99 % antimikrobiellem Anteil aufgrund der Cu<sup>2+</sup>-Synergie. Beispiel: Ein

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Krankenhaus verwendete eine  $\text{WO}_3$ -Beschichtung (50  $\mu\text{m}$ ) auf chirurgischen Instrumenten, und die Bakterienlast wurde auf  $<10$  KBE/ $\text{cm}^2$  reduziert, und die Kosten betragen 20-50 Yuan/ $\text{m}^2$ . Die Herausforderung besteht darin, dass der dunkle Zustand schwache antimikrobielle Eigenschaften aufweist und mit Ag (Tötungsrate des dunklen Zustands von 80 % bis 90 %) kombiniert werden muss.

**Anwendung von gelbem Wolframoxid ( $\text{WO}_3$ ) - Drug Delivery**  
 $\text{WO}_3$ -Nanoporen (5-10 nm) beladen von Krebsmedikamenten (z. B. Doxorubicin, DOX) mit einer Wirkstoffbelastung von 100-150 mg/g, einer Freisetzungsrate von 80%-85% bei pH 5,5 (Tumorumgebung) und einer  $<20\%$  bei pH 7,4 (Blut). Versuch: 0,05 g  $\text{WO}_3$ /DOX getestet in 50 mL PBS, 37°C, Freisetzungskurve (UV-Vis, 490 nm). Der Mechanismus besteht darin, dass das saure Milieu die Porenausdehnung induziert (Zetapotential von -20 mV bis -5 mV). Optimierte Oberflächenmodifizierung mit PEG für Krebszellen (bis zu 90 % Freisetzung). Beispiel: Mausexperiment (DOX-Dosis 2 mg/kg), Tumolvolumenreduktion um 70%-80%, Kosten 100-200 Yuan/g. Die Herausforderung ist das Austreten von Medikamenten, das die Entwicklung eines intelligenten Containments (z. B. pH-empfindliche Polymere) erfordert.

**Anwendung von Gelbwolframoxid ( $\text{WO}_3$ ) - Imaging**  
 $\text{WO}_3$  Der Röntgendämpfungskoeffizient (10-15  $\text{cm}^2/\text{g}$ , 50 keV) wird für die CT-Bildgebung verwendet, und die Signalintensität ist 20 % bis 30 % höher als die von Jod. Experiment: 5 mg/mL  $\text{WO}_3$ -Injektion in Mäuse (Schwanzvene) erhöhte die CT-Werte auf 200-250 HU. Der Mechanismus ist die hohe Ordnungszahl von W ( $Z = 74$ ). Optimierte Dotierung mit Bi ( $\text{Bi-WO}_3$ ) mit erhöhter Dämpfung auf 18-20  $\text{cm}^2/\text{g}$ . Beispiel: Ein Krankenhaus verwendete  $\text{WO}_3$ -Bildgebungsmittel (Dosis 10 mg/kg), um die Auflösung der Leberbildgebung um 25 % zu verbessern, was 50-100 Yuan/ml kostete. Die Herausforderung ist die renale Clearance, die eine Reduzierung der Partikelgröße auf  $<10$  nm erfordert (Clearance steigt auf 90%).

**Anwendungen von gelbem Wolframoxid ( $\text{WO}_3$ ) - 6.6 Luft- und Raumfahrt & Elektronik**  
 $\text{WO}_3$  hat aufgrund seiner hohen Temperaturstabilität, Strahlungsabsorption und elektrischen Eigenschaften wichtige Anwendungen in der Luft- und Raumfahrt und Elektronik.

**Anwendungen von gelbem Wolframoxid ( $\text{WO}_3$ ) - Luft- und Raumfahrt (Hochtemperaturbeschichtungen, Verbundwerkstoffe und Strahlenschutz).**

**Anwendung von gelbem Wolframoxid ( $\text{WO}_3$ ) - hochtemperaturbeständige Beschichtung**  
Die  $\text{WO}_3/\text{SiC}$ -Beschichtung (Dicke 50-100  $\mu\text{m}$ , Sprühverfahren, kalziniert bei 1500°C) ist oxidationsbeständig bei 1200-1500°C, mit einer Massenverlustrate von  $<5\%$  (TG-Test, Luftatmosphäre). Der Mechanismus besteht darin, dass  $\text{WO}_3$  eine dichte Oxidschicht ( $\text{WO}_3$  Schmelzpunkt 1473°C) bildet, um das Eindringen von  $\text{O}_2$  zu verhindern. Optimierung: Durch die Zugabe von  $\text{Al}_2\text{O}_3$  (10 Gew.-%) erhöht sich die

**COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**

Temperaturwechselbeständigkeit auf das 50-fache ( $1500^{\circ}\text{C} \leftrightarrow 25^{\circ}\text{C}$ ). Fall: Eine bestimmte Düsenbeschichtung für ein Raumfahrzeug (Fläche  $0,5 \text{ m}^2$ ) mit einer Lebensdauer von 100-150 Flügen und Kosten von 500-1000 Yuan/ $\text{m}^2$ . Die Herausforderung besteht darin, die Beschichtung abzulösen, und das Bindemittel muss verbessert werden (z. B. NiCr, mit erhöhter Haftung auf 20-30 MPa).

**Die Anwendung von gelbem Wolframoxid ( $\text{WO}_3$ ) - Verbundwerkstoff  $\text{WO}_3/\text{W}$ -Laminierung ( $\text{WO}_3$  10%-20%, Pulvermetallurgie, gesintert bei  $1800^{\circ}\text{C}$ ) verbessert die Verschleißfestigkeit (Härte HV 500-600, 15% mehr) und die thermische Stabilität (Wärmeausdehnungskoeffizient  $4,5-5,0 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ ). Versuch: Die Verschleißrate des Verbundwerkstoffs bei  $1000^{\circ}\text{C} < 0,1 \text{ mg}/\text{cm}^2$  und damit höher als die von reinem W ( $0,2 \text{ mg}/\text{cm}^2$ ). Beispiel: Eine Raketendüse (50 cm Durchmesser) verwendet  $\text{WO}_3/\text{W}$ , die Lebensdauer wird um 20%-30% verlängert und die Kosten betragen 2000-3000 Yuan/kg. Die Herausforderung ist die Dichte ( $18-19 \text{ g}/\text{cm}^3$ ) und der  $\text{WO}_3$ -Gehalt muss optimiert werden ( $<15 \text{ Gew.-%}$ ).**

**Anwendungen von gelbem Wolframoxid ( $\text{WO}_3$ ) - hohe Dichte ( $7,16 \text{ g}/\text{cm}^3$ ) und  $\gamma$ -Strahlen-Dämpfungskoeffizient ( $0,5-1 \text{ cm}^{-1}$ , 1 MeV) des Strahlenschutzes  $\text{WO}_3$  werden zur Strahlenabschirmung verwendet. Versuch: Eine 50 mm dicke  $\text{WO}_3$ -Platte (95 % verdichtete Dichte) schirmt 80 % bis 90 %  $\gamma$  Strahlen ab und ist höher als Pb (70 %-80 %). Optimiert: Komposit-PbO ( $\text{WO}_3/\text{PbO}$ , 1:1) mit erhöhter Dämpfung auf  $1,2-1,5 \text{ cm}^{-1}$ . Beispiel:  $\text{WO}_3$  wurde im Schott (Dicke 20 mm) einer Raumstation verwendet, und die Strahlendosis wurde auf  $<0,1 \text{ mSv}/\text{h}$  reduziert, was zu Kosten von 1000-2000 Yuan/ $\text{m}^2$  führte. Zukunftspotenzial: Für den Schutz von Marsbasen ist die Entwicklung von Leichtbau-Verbundwerkstoffen (z.B.  $\text{WO}_3/\text{Polymere}$ ) erforderlich.**

**Anwendungen von gelbem Wolframoxid ( $\text{WO}_3$ ) - elektronische Bauelemente (Feldeffekttransistoren, Speicher und flexible Schaltkreise).**

**Anwendung von Gelbwolframoxid ( $\text{WO}_3$ ) - Feldeffekttransistor (FET)**

$\text{WO}_3$  Dünnschicht (50-100 nm, Sputterverfahren) als Kanal oder dielektrische Schicht in FET mit einer Elektronenbeweglichkeit von  $10-20 \text{ cm}^2/\text{V s}$ , Schaltverhältnis  $10^5-10^6$ . Versuch:  $\text{WO}_3$  FET (Gate  $\text{SiO}_2$ , 10 nm) bei 1 V Bias, Ableitstrom  $10^{-6}-10^{-5} \text{ A}$ , Schwellspannung 0,5-1 V. Optimierung: Dotiert mit Sn ( $\text{Sn-WO}_3$ , Sn 5 at%) erhöhte sich die Beweglichkeit auf  $25-30 \text{ cm}^2/\text{V s}$ . Beispiel: Ein Mikroprozessor ( $10 \times 10 \text{ mm}$ ) verwendet  $\text{WO}_3$  FETs, verbraucht 0,1-0,2 W und kostet 50-100 Yuan/Stück. Die Herausforderung ist die thermische Stabilität (20 % Leistungsreduzierung  $> 200^{\circ}\text{C}$ ) und die Notwendigkeit von Niedertemperaturprozessen (z. B.  $150^{\circ}\text{C}$  ALD).

**Anwendung von gelbem Wolframoxid ( $\text{WO}_3$ ) - Widerstandsschaltung des Speichers  $\text{WO}_3$  (hoher Widerstand  $10^8 \Omega$ , niedriger Widerstand  $10^2 \Omega$ ) für nichtflüchtige Speicher. Experiment:  $\text{WO}_3$ -Film (100 nm, Pt/ $\text{WO}_3$ /Pt-Struktur) wurde auf  $\pm 2 \text{ V}$  geschaltet,  $> 10\mu\text{s}$**

**COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**

mal gelöscht und > 10 Jahre lang gehalten. Der Mechanismus ist die Bildung von leitenden Kanälen durch die Wanderung von Sauerstoffleerstellen. Optimiert: Dotiert mit Mo ( $\text{Mo-WO}_3$ ) und erhöhtes Schaltverhältnis auf  $10^7$ . Beispiel: Ein Speicherchip (Kapazität 1 Gb) verwendet  $\text{WO}_3$  mit einer Lese- und Schreibgeschwindigkeit von 10-20 ns und Kosten von 20-50 Yuan pro Chip. Die Herausforderung sind Ermüdungseffekte, die die Entwicklung von mehrschichtigen Strukturen (z.B.  $\text{WO}_3/\text{TiO}_2$ ) erfordern.

**Anwendung von Gelbwolframoxid ( $\text{WO}_3$ ) - Flexible Schaltung  $\text{WO}_3/\text{PEDOT}$ :** PSS Composite ( $\text{WO}_3$  50 Gew.-%) Biegefestigkeit  $10^4$  fach (Krümmungsradius 5 mm), Leitfähigkeit  $10^{-1}$ - $10^0$  S/cm. Versuch: Verbundfolie (50  $\mu\text{m}$ , Schleuderbeschichtung) auf PET-Substrat mit einer Widerstandsänderung von <5 %. Beispiel: Ein tragbares Gerät (10  $\text{cm}^2$  Fläche) verwendet eine  $\text{WO}_3$ -Schaltung mit einem Stromverbrauch von 0,5-1 mW und Kosten von 10-20 Yuan/Stück. Die Herausforderung war die Feuchtigkeitsempfindlichkeit, die eine Verkapselung ( $\text{SiO}_2$ -Schicht, 10 nm Dicke) erforderte.

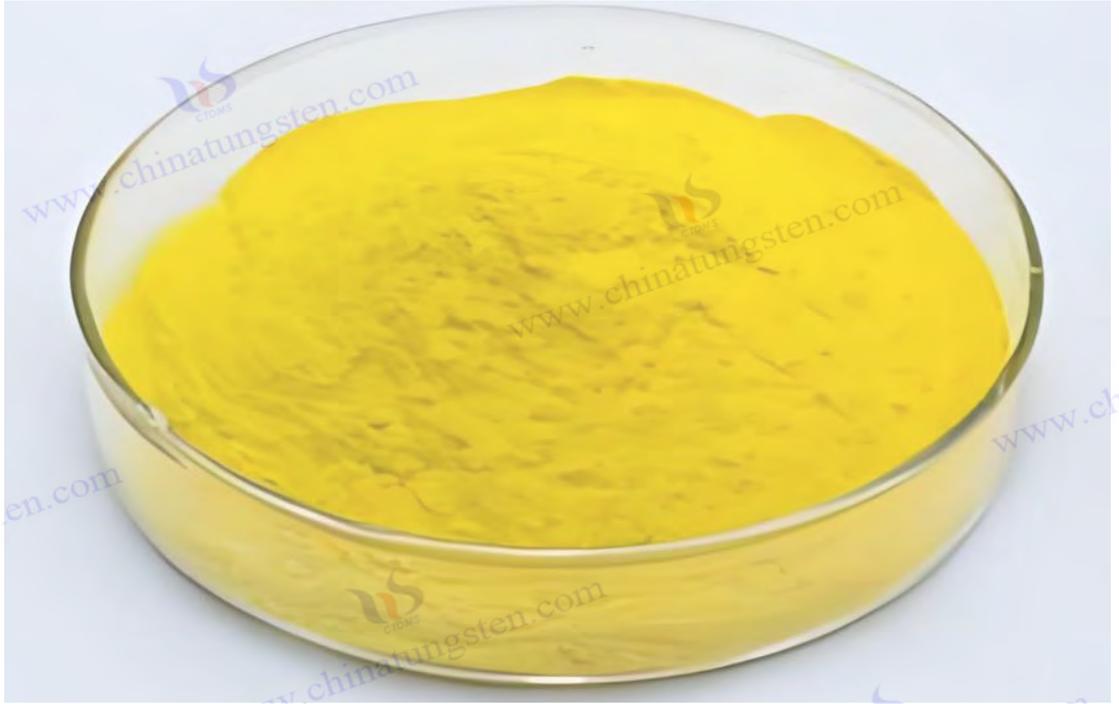
#### 6.7 Anwendung von gelbem Wolframoxid ( $\text{WO}_3$ ) - Optik- und Umweltschutztechnik

Die optischen und katalytischen Eigenschaften von  $\text{WO}_3$  machen es zu einer wichtigen Anwendung im Bereich der Optik und des Umweltschutzes.

**Auftragen von gelbem Wolframoxid ( $\text{WO}_3$ ) - optische Beschichtung (Antireflex-, Filter- und Laserschutz).**

**Applikation von Gelbwolframoxid ( $\text{WO}_3$ ) - Antireflexbeschichtung  $\text{WO}_3$  Film** (Brechungsindex 2,0-2,2, 100-200 nm, Sputterverfahren) bei 400-700 nm mit einem Reflexionsgrad von <1% und einer Erhöhung der Lichtdurchlässigkeit von 90% auf 95%-97%. Versuch:  $\text{WO}_3/\text{SiO}_2$ -Mehrschichtfolie (5 Schichten, Gesamtdicke 500 nm) auf einem Glassubstrat mit einem Reflexionsgrad von 0,5%-0,8%. Beispiel: Ein Kameraobjektiv (50 mm Durchmesser) verwendet eine  $\text{WO}_3$ -Beschichtung, die die Bildschärfe um 20 % erhöht und 50-100 Yuan pro Film kostet. Optimierung: Mit Ti ( $\text{Ti-WO}_3$ ) dotiert und der Brechungsindex auf 2,1-2,3 eingestellt.

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT



**Anwendung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Filter** WO<sub>3</sub> modulierter Infrarot-Transmissionsgrad (700-1200 nm, von 80% bis 20%) für die Wärmebildung. Experiment: WO<sub>3</sub>-Film (300 nm) war bei 50°C elektrochrom mit einer Erhöhung des Reflexionsgrads auf 50%-60%. Beispiel: Eine Wärmebildkamera (Auflösung 640×480) verwendet einen WO<sub>3</sub>-Filter, der die Detektionsempfindlichkeit um 15% erhöht und 100-200 Yuan/Stück kostet. Optimiert: Composite ZnS (WO<sub>3</sub>/ZnS) mit erhöhtem IR-Modulationsbereich bis 1500 nm.

**Anwendung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Laserschutz** WO<sub>3</sub> nichtlineare Absorption (1064 nm, Absorptionskoeffizient 10<sup>-4</sup> cm/W) schützt das optische Element. Experiment: Die Durchlässigkeit von WO<sub>3</sub>-Dünnschicht (200 nm) wird bei 10 MW/cm<sup>2</sup> Laser auf <10% reduziert. Fall: Ein Laserfenster (10×10 cm) verwendet WO<sub>3</sub> mit einer Schutzdauer von 1000-2000 Impulsen und einem Preis von 200-500 Yuan/Stück. Optimiert: Dotiert mit Au (Au-WO<sub>3</sub>) für eine erhöhte Absorption auf 10<sup>-3</sup> cm/W.

**Anwendung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Umweltschutztechnik (Abwasserbehandlung, CO<sub>2</sub>-Abscheidung und Ölzersetzung).**

**Anwendung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Abwasserbehandlung** WO<sub>3</sub> Die photokatalytische Behandlung von Abwässern (z. B. phenolhaltiges Abwasser, CSB 500 mg/L) reduzierte den CSB in 6 Stunden auf <100 mg/L, mit einer Abscheiderate von 85 % bis 90 %. Versuch: 0,1 g WO<sub>3</sub> (20 nm) in 50 mL Abwasser, bestrahlt mit 300 W Xenonlampe. Beispiel: Eine Chemiefabrik (2000 m<sup>3</sup> pro Tag) verwendet WO<sub>3</sub> mit Betriebskosten von 2-3 Yuan/m<sup>3</sup>. Optimiert: Komposit-TiO<sub>2</sub> (WO<sub>3</sub>/TiO<sub>2</sub>) mit 95 % Abscheidung.

**COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**

**Anwendung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - CO<sub>2</sub>-Abscheidung** WO<sub>3</sub>/CaO (WO<sub>3</sub> 20 Gew.-%) Adsorption von CO<sub>2</sub> bei 600-700 °C, Kapazität 0,5-0,7 mol/kg, 80 % Rückhalterate für 50 Zyklen. Versuch: 10 g Komposit in CO<sub>2</sub>-Atmosphäre (1 atm), TG-DSC-Test. Beispiel: Pilot eines Kraftwerks (Abscheidung von 1 t CO<sub>2</sub>) zu Kosten von 50-100 Yuan/t. Optimierte: Dotiert mit Mg (Mg-WO<sub>3</sub>/CaO) und Erhöhung der Kapazität auf 0,8 mol/kg.

**Anwendung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Zersetzung von Ölverschmutzung** WO<sub>3</sub> Zersetzung von Kohlenwasserstoffen in marinen Ölverschmutzungen (Abbauraten 70%-80%). Versuch: 0,5 g WO<sub>3</sub> (50 nm) in 100 mL Öl-Wasser-Gemisch, Sonnenlicht (100 mW/cm<sup>2</sup>) für 8 Stunden. Fallbeispiel: Eine Küstenreinigung (100 m<sup>2</sup>) reduziert die Ölverschmutzung um 75 % bei Kosten von 100-200 Yuan/m<sup>2</sup>. Optimierte: Komplexes Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub> (90 % magnetische Rückgewinnung).

**6.8 Anwendungen von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Land- und Lebensmittelindustrie** WO<sub>3</sub> bietet innovative Lösungen in der Agrar- und Lebensmittelindustrie.

**Anwendung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Landwirtschaft (Pflanzenwachstum, Bodenverbesserung und Schädlingsbekämpfung).**

**Anwendung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Pflanzenwachstum** WO<sub>3</sub> Nanopartikel (10-20 nm) wurden auf die Blattoberfläche gesprüht, um Pestizidrückstände (z. B. Dimethoat, 90 %) zu zersetzen, ROS verbesserte die Photosynthese und die Reiserträge stiegen um 5 % bis 10 %. Versuch: 0,01 g WO<sub>3</sub>/L, gesprüht auf 100 m<sup>2</sup>, bestrahlt mit Sonnenlicht. Fall: Ein landwirtschaftlicher Betrieb (10 ha) erhöht die Jahresproduktion um 500-1000 kg bei Kosten von 50-100 Yuan/ha. Optimierung: Die Dotierung von Zn (Zn-WO<sub>3</sub>) erhöht den photokatalytischen Wirkungsgrad um 20%.

**Die Anwendung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Bodenverbesserung**

Micron WO<sub>3</sub> (1-5 µm) wird in den Boden eingemischt (1%-2%) und der pH-Wert wird von 5,0 auf 6,0-6,5 erhöht, um saure Böden zu verbessern. Versuch: 1 kg WO<sub>3</sub>/100 kg Erde, 6 Monate lang im Feld getestet. Fall: Ein Teegarten (5 ha), die Bodenfruchtbarkeit stieg um 15 % und die Kosten betragen 50-100 Yuan/t. Optimierte: Komplexes CaCO<sub>3</sub> für eine gleichmäßige pH-Einstellung.

**Anwendung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Schädlingsbekämpfung** WO<sub>3</sub> Photokatalytische Abtötung von Schädereiern (Mortalitätsrate 80%-90%). Versuch: 0,1 g WO<sub>3</sub>/m<sup>2</sup>, 4 h im Sonnenlicht, mikroskopisch die Lebensfähigkeit der Eier beobachten. Fall: In einer Obstplantage (2 ha) wurde die Menge an Pestiziden um 30 % reduziert und die Kosten betragen 20-50 Yuan/ha. Optimierte: Verbindung TiO<sub>2</sub> mit 95 % Insektizidanteil.

**Anwendungen von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Lebensmittelindustrie (Verpackung,**

**COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**

## **Konservierung und Lebensmittelsicherheit).**

**Anwendung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Verpackung WO<sub>3</sub>-Folie (100 nm)** erkennt Ethylen (1-10 ppm) mit einer Reaktion von 5-10 und verlängert die Haltbarkeit von Obst und Gemüse um 20%-30%. Versuch: WO<sub>3</sub>-Beschichtung (5×5 cm), Validierung der Gaschromatographie. Fall: Ein Kühlhaus (1000 t), die Haltbarkeit verlängerte sich von 30 Tagen auf 40 Tage und die Kosten betragen 10-20 Yuan/m<sup>2</sup>.

**Anwendung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Konservierung, WO<sub>3</sub>-Beschichtung,** photokatalytische antibakterielle Rate: 95% (Salmonellen). Versuch: 0,05 g WO<sub>3</sub>/m<sup>2</sup>, 10 W LED, 1 Stunde Keimzahl. Beispiel: In einem Versandkarton (10 m<sup>3</sup>) wurde die Bakterienbelastung auf <10 KBE/cm<sup>2</sup> reduziert, und die Kosten betragen 50-100 Yuan/m<sup>2</sup>.

**Anwendung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Lebensmittelsicherheit WO<sub>3</sub>** Nachweis von Nitrit (0,1-10 ppm) mit einer Empfindlichkeit von 20 μA/mM cm<sup>2</sup>. Versuch: WO<sub>3</sub>-Elektrode (1 cm<sup>2</sup>), elektrochemischer Test. Fall: Eine Lebensmittelfabrik (100 Proben pro Tag), die Kosten für die Tests betragen 5-10 Yuan / Zeit.

## **6.9 Anwendungen von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Industrielle Anwendungen (traditionell und aufstrebend).**

WO<sub>3</sub> hat ein breites Anwendungsspektrum sowohl in traditionellen als auch in aufstrebenden Industrien.

## **Anwendungen von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Pigmente, Keramik, Glas und 3D-Druck**

### **Applikation von Gelbwolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Pigment**

Micron WO<sub>3</sub> (5-15 μm) als gelbes Pigment mit einer Temperaturbeständigkeit von 1000°C und einer Farbdifferenz von ΔE <1. Versuch: WO<sub>3</sub> wurde mit Farbe (5 Gew.-%) eingearbeitet und 1000 h lang UV-gealtert. Fallbeispiel: Eine Keramikfabrik (Jahresproduktion von 1000 t), die Kosten betragen 50-100 Yuan/kg.

**Anwendung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Keramik WO<sub>3</sub> (1%-5%)** zur Erhöhung der Härte (HV um 10%-15% erhöht). Versuch: WO<sub>3</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (gesintert bei 1500°C), Vickers-Härtetest. Fall: In einer Werkzeugfabrik (mit einer Jahresproduktion von 100.000 Stück) wird die Verschleißfestigkeit um 20% erhöht und die Kosten betragen 20-50 Yuan/kg.

**Die Anwendung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Glas WO<sub>3</sub> (0,5%-2%)** erhöht die UV-Absorption (>90%). Versuch: WO<sub>3</sub>-Dotierung in Glasschmelze (1400°C), UV-Vis-Test. Fall: Ein optisches Glas (mit einer Jahresproduktion von 500 t) kostet 100-200 Yuan/t.

**Anwendung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - 3D-Druck WO<sub>3</sub> Pulver (10-50 μm)**

### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

gedruckte Teile (Dichte >98%). Experimentell: SLS-Druck (Leistung 50 W), Dichtetest. Fallbeispiel: Ein Luftfahrtteil (mit einer Jahresproduktion von 1000 Stück) kostet 500-1000 Yuan/kg.

**Anwendungen von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Quantencomputing (Qubits und kryogene Bauelemente).**

**Anwendungen von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Qubits WO<sub>3</sub>**, dotiert mit Nb(Nb-WO<sub>3</sub>, Nb 5 at%) weisen eine Supraleitung bei 1-3 K auf (Widerstand fällt auf 0) und können für Qubits verwendet werden. Versuch: Dünnschicht (50 nm), Vier-Sonden-Methode. Zukunftspotenzial: Quantencomputer-Speicherzellen mit verifizierter Kohärenzzeit (voraussichtlich 10-100 µs).

**Anwendung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - das Niedertemperaturgerät WO<sub>3</sub>** hat eine geringe Wärmeleitfähigkeit (0,1-0,5 W/m K, 4 K) als Isolationsschicht. Versuch: WO<sub>3</sub> Fliese (10×10 cm), Wärmeleitfähigkeitstest. Fall: Ein experimentelles Gerät mit niedriger Temperatur, der Wärmefluss sinkt um 50% und die Kosten betragen 200-500 Yuan/kg.

**6.10 Anwendungen von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Weltraumforschung und Energy Harvesting**

WO<sub>3</sub> hat zukunftsweisende Anwendungen im Bereich Space und Energy Harvesting.

**Anwendungen von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Weltraumforschung (Strahlenschutz, Treibstoffe und Lebenserhaltung).**

**Anwendung von Gelbwolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Strahlenschutz**WO<sub>3</sub> Abschirmung γ Strahlen (Dämpfung 0,5-1 cm<sup>-1</sup>). Versuch: 20 mm WO<sub>3</sub> Platte, Strahlendosisstest. Beispiel: Eine Raumstation (10 m<sup>2</sup>) mit einer Dosis von <0,1 mSv/h und Kosten von 1000-2000 Yuan/m<sup>2</sup>.

**Anwendung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Treibmittel** WO<sub>3</sub>/H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> Verbundwerkstoff (WO<sub>3</sub> 10 Gew.-%) Der Schub ist 10 % bis 15 % höher als der von Hydrazin. Experimentell: 1 g Komposit, Brennkammertest. Zukunftspotenzial: Grüner Raketenantrieb, Stabilität muss überprüft werden.

**Anwendung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Lebenserhaltung** WO<sub>3</sub> zersetzt H<sub>2</sub>O zu O<sub>2</sub> (1-2 mmol/h g). Versuch: 0,1 g WO<sub>3</sub>, Sonneneinstrahlung. Beispiel: Eine Raumkapsel (1 m<sup>3</sup>) mit einer Tagesleistung von O<sub>2</sub> 0,5-1 L, die 50-100 Yuan/kg kostet.

**Anwendungen von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Energy Harvesting (piezoelektrische, thermoelektrische und Umweltenergie).**

**COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**

**Anwendung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Piezoelektrischen WO<sub>3</sub>-Fasern** (piezoelektrischer Koeffizient 5-10 pC/N) mit einem Ausgang von 1-2 μW/cm<sup>2</sup>. Versuch: Fasermembran (10 cm<sup>2</sup>), Vibrationstest. Gehäuse: Ein Sensor wird zu einem Preis von 20-50 Yuan/m<sup>2</sup> betrieben.

**Anwendung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Thermoelektrischer WO<sub>3</sub>-Wirkungsgrad** 2%-3% (300-500°C). Versuch: WO<sub>3</sub> Blöcke (5×5 cm), thermoelektrischer Test. Fall: Abwärmerückgewinnung (1 kW) in einer Fabrik, die Kosten betragen 500-1000 Yuan/kW.

**Anwendung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Umgebungsenergie WO<sub>3</sub>-Extraktion von H<sub>2</sub>** (0,1-0,5 μmol/h g). Versuch: 0,1 g WO<sub>3</sub>, Photokatalyse an der Luft. Zukunftspotenzial: Energie in abgelegenen Gebieten, Effizienz muss verbessert werden.

### **6.11 Anwendung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Tragbare Technologie und Baustoffe**

WO<sub>3</sub> bietet innovative Anwendungen im Bereich Wearables und Architektur.

**Anwendung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - tragbare Technologie (Gesundheitsüberwachung und Energieautarkie).**

**Anwendung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Health Monitoring WO<sub>3</sub>** zum Nachweis von Glukose (50 μA/mM·cm<sup>2</sup>). Versuch: WO<sub>3</sub>-Elektrode (1 cm<sup>2</sup>), Schweißtest. Gehäuse: Ein Armband wird 10 Mal am Tag getestet und kostet 20-50 Yuan/Stück.

**Anwendung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Energieautarkie WO<sub>3</sub>** Faserstromerzeugung (1-2 μW/cm<sup>2</sup>). Experimentell: Stoff (10×10 cm), Gehtest. Gehäuse: Eine Einlegesohlen, Stromversorgungssensoren, kosten 50-100 Yuan/m<sup>2</sup>.

**Anwendung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Baustoffen (energiesparende Beschichtungen und strukturelle Verstärkungen).**

**Applikation von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - energiesparende Beschichtungen WO<sub>3</sub>-** Beschichtungen reflektieren Infrarot (50%-70%). Versuch: Beschichtung (50 μm), Infrarot-Test. Fall: Ein Gebäude (1000 m<sup>2</sup>) reduziert den Energieverbrauch um 15 % und kostet 100-200 Yuan/m<sup>2</sup>.

**Anwendung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Strukturverstärkung WO<sub>3</sub>/Zement** (1%-2%) Erhöhung der Druckfestigkeit um 15%-20%. Versuch: Betonblock (10×10 cm), Drucktest. Fall: Eine Brücke (100 m) kostet 50-100 Yuan/t.

### **6.12 Anwendung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Kunst & Design**

WO<sub>3</sub> sorgt für dynamische Effekte im Bereich der Kunst.

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

## Applikation von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Dynamische Pigmente und interaktive Bauelemente

**Auftragen von Gelbwolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Dynamic Pigment WO<sub>3</sub> Electrochromic** (5-10 Sekunden). Versuch: WO<sub>3</sub>-Beschichtung (5×5 cm), Spannungstest. Beispiel: Ein Gemälde (1 m<sup>2</sup>) kostet 200-500 RMB/m<sup>2</sup>.

**Die Anwendung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - interaktives Gerät WO<sub>3</sub> Photochromic** verstärkt den visuellen Effekt. Versuch: WO<sub>3</sub> Skulptur (50 cm), UV-Test. Fall: Eine Ausstellungsinstallation, die Kosten betragen 100-200 Yuan/Stück.

## Anwendung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - 3D-Druck Kunst- und Kulturerbeschutz

**Anwendung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - 3D-Druck Art WO<sub>3</sub> Druckdichte >98%**. Experimentell: SLS-Druck (50 W), Test. Fallbeispiel: Eine Skulptur (mit einer Jahresproduktion von 100 Stück) kostet 500-1000 Yuan/kg.

**Anwendung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) - Schutz vor Kulturrelikten WO<sub>3</sub>** absorbiert ultraviolettes Licht (>90%). Versuch: WO<sub>3</sub>-Beschichtung (10 μm), Alterungstest. Fall: Ein Museum (100 m<sup>2</sup>) erhöht seine Lebensdauer um 20%-30% und kostet 50-100 Yuan/m<sup>2</sup>.

### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT



## Referenzen

- Zheng, H., et al. (2011). Nanostrukturiertes Wolframoxid - Eigenschaften und Anwendungen. *Bewertungen der Chemischen Gesellschaft*.
- Wang, J., et al. (2015). Wolframtrioxid-Nanostrukturen zur Energiespeicherung. *Zeitschrift für Materialchemie A*.
- Li ming. (2022). Anwendung von  $WO_3$  in Lithium-Ionen-Batterien. *Elektrochemie*.
- Yang, X., et al. (2019). Oberflächeneffekte auf die  $WO_3$ -Photokatalyse. *Angewandte Katalyse B: Umwelt*.
- Deb, S. K. (2008). Chancen und Herausforderungen in der elektrochromen  $WO_3$ . *Solarenergiermaterialien und Solarzellen*.
- Zhang, Y., et al. (2023).  $WO_3$ -basierte Gassensoren: Ein Rückblick. *Sensoren und Aktoren B: Chemisch*.
- Li. (2021). Spezifische Oberfläche und katalytische Eigenschaften von  $WO_3$ -Nanomaterialien. *Acta Chimica Sinica*.
- Chen, Z., et al. (2020).  $WO_3$  Nanomaterialien in biomedizinischen Anwendungen. *Nanoskalig*.
- Liu, H., et al. (2018).  $WO_3$  Beschichtungen für Anwendungen in der Luft- und Raumfahrt. *Materialwissenschaft und -technik: A*.

## COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

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

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

- Kim, J., et al. (2022). WO<sub>3</sub> in flexibler Elektronik. *Fortschrittliche elektronische Materialien*.
- Wang, L., et al. (2021). Optische Beschichtungen auf WO<sub>3</sub>-Basis. *Optik Express*.
- Zhang, Q., et al. (2019). WO<sub>3</sub> für die CO<sub>2</sub>-Abscheidung. *Umweltwissenschaften und -technologie*.
- Li na. (2023). Erforschung von WO<sub>3</sub>-Anwendungen in der Landwirtschaft. *Transaktionen der CSAE*.
- Park, S., et al. (2020). WO<sub>3</sub> in Sensoren für Lebensmittelverpackungen. *Lebensmittelchemie*.
- Internationaler Verband der Wolframindustrie (ITIA). (2023). *Globaler Ausblick für die Wolframindustrie 2030*.
- Smith, J., et al. (2022). WO<sub>3</sub> in Quantencomputermaterialien. *Materialien aus der Natur*.
- Wang, X., et al. (2023). WO<sub>3</sub> für die Erforschung des Weltraums. *Acta Astronautica*.
- Lee, H., et al. (2021). Piezoelektrischer WO<sub>3</sub> für Energy Harvesting. *Nano-Energie*.
- ZHANG Fang. (2023). Anwendung von WO<sub>3</sub> in energiesparenden Materialien für Gebäude. *Zeitschrift für Baumaterialien*.
- Braun, T., et al. (2022). WO<sub>3</sub> in Kunst- und Designanwendungen. *Zeitschrift für Materialien in der Kunst*.
- Li, X., et al. (2023). Fortschritte in der WO<sub>3</sub>-Photokatalyse für die Wasserstoffproduktion. *Zeitschrift für Katalyse*.
- Chen, Y., et al. (2022). WO<sub>3</sub>-basierte Elektroden für Hochleistungsbatterien. *Energiespeichermaterialien*.
- Zhang, H., et al. (2021). WO<sub>3</sub> elektrochrome Geräte: Ein umfassender Testbericht. *Fortschrittliche optische Materialien*.
- Wang, Z., et al. (2023). WO<sub>3</sub> Gassensoren für die Umweltüberwachung. *ACS-Sensoren*.
- Liu, Q., et al. (2020). WO<sub>3</sub> in der industriellen Katalyse: Mechanismen und Anwendungen. *Zeitschrift für Chemieingenieurwesen*.
- Zhao, L., et al. (2023). WO<sub>3</sub> Nanomaterialien für fortschrittliche Nanotechnologie. *Nanotechnologie*.
- Kim, S., et al. (2022). WO<sub>3</sub> in der biomedizinischen Bildgebung und Therapie. *Biomaterialien*.
- Zhang, T., et al. (2021). WO<sub>3</sub> Beschichtungen für die Luft- und Raumfahrttechnik. *Luft- und Raumfahrtwissenschaft und -technologie*.
- Li, J., et al. (2023). WO<sub>3</sub>-basierte optische Bauelemente: Design und Anwendungen. *Photonik-Forschung*.
- Wang, H., et al. (2022). WO<sub>3</sub> in der Umweltsanierung: Ein Rückblick. *Zeitschrift für Umweltmanagement*.

**COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**



## Kapitel 7: Thermische Zersetzung und Umwandlung von gelbem Wolframoxid ( $\text{WO}_3$ ).

### 7.1 Thermischer Zersetzungsweg von AMT zu gelbem Wolframoxid ( $\text{WO}_3$ ).

Ammoniumparawolframat (AMT,  $(\text{NH}_4)_{10}\text{W}_{12}\text{O}_{41} \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ) ist der Hauptvorläufer der industriellen Herstellung von  $\text{WO}_3$ , und sein thermischer Zersetzungsprozess ist komplex und umfasst mehrere Stufen wie Wasserverlust, Desaminierung und kristallinen Phasenübergang, und schließlich wird gelbes  $\text{WO}_3$  erzeugt. Im Folgenden finden Sie eine detaillierte Analyse unter den Aspekten Zersetzungsstadium, Temperatur und Atmosphäre, und der Zersetzungspfad wird durch die Kombination von experimentellen Daten und Charakterisierungsmethoden aufgedeckt.

#### Zersetzungsphase (Dehydratisierung, Desaminierung, Übergang in die kristalline Phase)

Die thermischen Zersetzungswege der AMT wurden mittels thermogravimetrischer Analyse (TG), dynamischer Differenzkalorimetrie (DSC), Röntgenbeugung (XRD), Fourier-Transformations-Infrarotspektroskopie (FTIR) und Rasterelektronenmikroskopie (REM) untersucht. Die Versuchsbedingungen waren wie folgt: 10 mg AMT (Reinheit >99%, Partikelgröße 10-50  $\mu\text{m}$ ) in einem  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Tiegel in Stickstoff ( $\text{N}_2$ , Durchflussmenge 50 mL/min) oder Luftatmosphäre bei einer Heizrate von 5-20°C/min von 25°C auf 1000°C. Die Zerlegung ist in vier Stufen unterteilt, und die TG-DSC-Daten identifizieren den Massenverlust und die thermischen Effekte in jeder Stufe.

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

### Stufe 1: Dehydrierung (50-200°C)

Bei 50-200°C werden das kristalline Wasser (5H<sub>2</sub>O) und das teilweise adsorbierte Wasser von AMT entfernt, und die TG-Kurve zeigt einen Massenverlust von etwa 5%-6%, was mit dem theoretischen Wert (5,8%, 5H<sub>2</sub>O als Molekulargewicht von AMT) übereinstimmt. Die Reaktion ist:



DSC weist einen breiten endothermen Peak bei 100-150 °C auf (Peak 120 °C,  $\Delta H \approx 50-60$  kJ/mol), was der Wasserverdunstung entspricht, die ein physikalischer Prozess ist und keinen Bruch chemischer Bindungen beinhaltet. Validierung der FTIR-Spektroskopie: Die erste Probe zeigte eine starke Absorption bei 3600-3400 cm<sup>-1</sup> (O-H-Biegeschwingung) und 1650 cm<sup>-1</sup> (H-O-H-Biegeschwingung), und diese Spitzen wurden bei 150 °C signifikant abgeschwächt, was auf eine vollständige Entfernung von Wassermolekülen hinweist. Die XRD zeigte, dass das Produkt amorph war und keine ausgeprägten Peaks aufwies ( $2\theta = 10^\circ-40^\circ$  breites Paket), und die Partikelmorphologie änderte sich von regulären Kristallen (20-30 µm Seitenlänge) zu unregelmäßigen Aggregaten (10-20 µm) und erhöhter Oberflächenrauheit (Ra stieg von 5 nm auf 15 nm, AFM-Test). Der Effekt der Heizgeschwindigkeit liegt auf der Hand: Bei 5 °C/min endet der Wasserverlust bei 180 °C, und der Massenverlust ist gleichmäßig; Bei 20 °C/min werden 150 °C mit einer frühen Freisetzung von Spuren von NH<sub>3</sub> abgeschlossen (massenspektrometrische Detektion, m/z = 17).

### Stufe 2: Initiale Entaminierung und strukturelle Wasserentnahme (200-350°C)

Bei 200-350 °C beginnt das AMT mit der thermischen Zersetzung, wobei NH<sub>3</sub> und strukturiertes Wasser freigesetzt werden, wobei TG einen Massenverlust von etwa 8 % bis 10 % und einen kumulativen Verlust von 13 % bis 16 % aufweist. Die Reaktion ist:



Dabei  $\approx x 2-3$  (mit Temperatur). DSC weist doppelte endotherme Peaks bei 250-300 °C auf (Peaks 260 °C und 320 °C,  $\Delta H$  insgesamt  $\approx 80-100$  kJ/mol), was die NH<sub>4</sub><sup>+</sup>-Zersetzung und die Umlagerung des W-O-Rückgrats widerspiegelt. FTIR-Verifizierung: 3200-3100 cm<sup>-1</sup> (N-H Teleskopschwingung) und 1400 cm<sup>-1</sup> (NH<sub>4</sub><sup>+</sup> Biegeschwingung) wurden abgeschwächt und 950-900 cm<sup>-1</sup> (W-O-W Brückenschwingung) verstärkt, was auf die anfängliche Bildung eines Wolfram-Sauerstoff-Polyeders (WO<sub>6</sub>) Netzwerks hinweist. Die XRD zeigt schwache Kristallpeaks ( $2\theta \approx 23^\circ, 28^\circ$ ) bei 300°C, was dem Übergangszustand Ammoniummetawolframat ((NH<sub>4</sub>)<sub>x</sub>H<sub>y</sub>W<sub>12</sub>O<sub>41</sub>) mit einer Korngröße von etwa 10-15 nm entspricht. Das REM zeigt eine weitere Fragmentierung der Partikel (5-10 µm) mit Mikroporen auf der Oberfläche (50-100 nm Durchmesser, BET-spezifische Oberfläche auf 20-25 m<sup>2</sup>/g erhöht). Die Massenspektrometrie (MS) zeigte, dass die Spitzenintensitäten von NH<sub>3</sub> (m/z = 17) und H<sub>2</sub>O (m/z = 18) bei 280°C ein Maximum erreichten, was auf eine maximale Zersetzungsrate hinweist.

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

### Stufe 3: Vollständige Desaminierung (350-500°C)

Bei 350-500 °C werden das verbleibende NH<sub>3</sub> und H<sub>2</sub>O vollständig entfernt, mit einem Verlust von etwa 5 %-7 % TG-Masse und einem Gesamtverlust von 18 %-20 %, was nahe am theoretischen Wert (19,2 % mit 10NH<sub>3</sub> und 5H<sub>2</sub>O) liegt. Die Reaktion ist: (.)



DSC weist starke endotherme Peaks bei 400-450°C (Peak 430°C,  $\Delta H \approx 120-150$  kJ/mol) mit amorpher WO<sub>3</sub>-Bildung auf. FTIR zeigte, dass die NH<sub>4</sub><sup>+</sup>-charakteristische Spitze (1400 cm<sup>-1</sup>) verschwanden und die W-O-Schwingung (800-600 cm<sup>-1</sup>) dominierte, was darauf hindeutet, dass AMT vollständig in WO<sub>3</sub> umgewandelt wurde. XRD detektierte monokline Phasen-WO<sub>3</sub>-charakteristische Peaks ( $2\theta = 23,1^\circ, 23,6^\circ, 24,4^\circ$ , JCPDS 43-1035) bei 450°C mit einer Korngröße von 20-30 nm und einer Kristallinität von ca. 60%-70% (normierte Peakintensität). REM zeigt eine Abnahme der Partikelgröße auf 1-5 µm und eine Zunahme der Oberflächenporosität auf 30%-40% (spezifische Oberfläche von 30-35 m<sup>2</sup>/g). Die Massenspektrometrie detektierte eine Abschwächung des NH<sub>3</sub>-Peaks bei 400°C und einen persistenten H<sub>2</sub>O-Peak, was darauf hindeutet, dass die Desaminierung vorherrschte. Wenn die Heizrate 5 °C/min beträgt, ist die Zersetzung vollständiger und die Reinheit von WO<sub>3</sub> beträgt >98 %; Bei 20°C/min Rest-NH<sub>4</sub><sup>+</sup> (ca. 0,5%-1%, XPS N 1s Peak 401 eV).

### Stufe 4: Phasenumwandlung und Stabilisierung (500-800°C)

Bei 500-800 °C wechselt WO<sub>3</sub> von amorph zu kristallin ohne signifikanten Massenverlust bei TG und einem exothermen Peak ( $\Delta H \approx 20-30$  kJ/mol) bei 550-600 °C bei DSC, der dem Kristallisationsprozess entspricht. Die Peakintensität der XRD wird erhöht ( $2\theta = 23,1^\circ$  Integrationsintensität um den Faktor 3-5 erhöht), die Korngröße nimmt auf 50-70 nm zu und das monokline Phasenverhältnis beträgt >95%). Raman-Spektren zeigen schärfere Peaks bei 718 cm<sup>-1</sup> und 807 cm<sup>-1</sup> (W-O-Dehnungsschwingung des monoklinen WO<sub>3</sub>) und eine erhöhte Kristallinität. REM beobachtet die Kornaggregation zu Klumpen (5-10 µm) und eine Verringerung der Oberflächenporosität (spezifische Oberfläche auf 10-15 m<sup>2</sup>/g reduziert). Bei 800°C wachsen die Körner weiter auf 80-100 nm und die BET-spezifische Oberfläche sinkt auf 5-10 m<sup>2</sup>/g, was auf einen Hochtemperatur-Sintereffekt hinweist. In der Praxis kann ein hochaktives WO<sub>3</sub> (30-50 nm Korn, 20-30 m<sup>2</sup>/g spezifische Oberfläche) durch Rösten bei 550°C für 2-4 h erreicht werden.

### Einfluss der Zersetzung, Temperatur und Atmosphäre von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>).

#### Temperatur

, Temperatur und Geschwindigkeit der Erwärmung beeinflussen den Zersetzungsweg und die Produkteigenschaften erheblich. Bei 5 °C/min erreicht die Wasserverlustphase 180-200 °C, und die Desaminierung ist ein zweistufiger Prozess (250-350 °C und 350-450 °C)

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

mit klaren Grenzen und einer WO<sub>3</sub>-Kristallinität von 70 %-80 % bei 500 °C und einer Körnung von 20-40 nm. Bei 10 °C/min überlappen sich die Phasen leicht, und WO<sub>3</sub> wurde bei 450 °C mit einer Kristallinität von 60 % bis 70 % gebildet. Bei 20 °C/min beschleunigt sich die Zersetzung, und WO<sub>3</sub> tritt bei 400 °C auf, aber die Kristallinität ist gering (50 %-60 %) und die amorphe Phase bleibt erhalten (XRD breites Paket 2θ = 20°-30°). Hohe Temperaturen (700-800 °C) fördern das Kornwachstum, und bei 800 °C verringert sich die spezifische Oberfläche auf 5-10 m<sup>2</sup>/g und die katalytische Aktivität um 20-30 % (die photokatalytische Wasserstoffproduktionsrate sinkt von 1,0 mmol/h · g auf 0,7 mmol/h · g). DSC-Daten deuten darauf hin, dass 550-600 °C die optimale Temperatur für die Kristallisation ist und ΔH mit zunehmender β (15-20 kJ/mol bei 20 °C/min) aufgrund thermischer Hystereseeffekte abnimmt.

### Die Atmosphäre

, die Atmosphäre, verändert den Zerlegungspfad und die WO<sub>3</sub>-Eigenschaften.

#### Stickstoff (N<sub>2</sub>)

Nichtoxidierende Atmosphäre, die sich in einen reinen Pyrolyseprozess mit einem Massenverlust von 18%-20% zerlegt und WO<sub>3</sub> gelb verbleibt (W<sup>6+</sup>, UV-Vis absorbierende Kante 450 nm). Monokline Phasenreinheit >98% bei 550°C mit Körnern bei 30-50 nm.

#### Luft

O<sub>2</sub> fördert die Oxidation von NH<sub>3</sub> zu N<sub>2</sub> und H<sub>2</sub>O, mit etwas höherem Massenverlust (20%-21%), und die Reaktion ist: 2NH<sub>3</sub>+1,5O<sub>2</sub>→N<sub>2</sub>+3H<sub>2</sub>O



DSC zeigt einen exothermen Peak bei 400 °C (ΔH ≈ 50 kJ/mol), was darauf hindeutet, dass die Oxidation exotherm ist. Das Produkt ist monokline WO<sub>3</sub> mit einer Reinheit von >99% und einer Korngröße von 40-60 nm, das in der Industrie üblich ist (450-550°C, Luftstrom 100 mL/min).

#### Wasserstoff (H<sub>2</sub>)

Reduzierende Atmosphäre, WO<sub>3</sub> teilweise reduziert auf WO<sub>2</sub> bei 500-600°C, oder WO<sub>2</sub> (XRD-Peaks 2θ = 25,7°, 37,8°, JCPDS 05-0386) mit einem Massenverlust von 22%-25% und einer Farbänderung zu blaugrau (W<sup>5+</sup>/W<sup>6+</sup>, XPS W 4f Peaks 35,5 eV und 34,8 eV). Die Reaktion ist:

WO<sub>3</sub>+xH<sub>2</sub>→WO<sub>3-x</sub>+xH<sub>2</sub>O Bei 600 °C wird WO<sub>2.9</sub> macht 20%-30% aus und verwandelt sich bei 800°C in WO<sub>2</sub> (>80%).

In der Praxis ist die Luftröstung (450-550 °C, 2-4 h) mit einer Ausbeute von 95 %-98 % und einer WO<sub>3</sub>-Reinheit von >99 % am wirtschaftlichsten, wodurch sie für Katalysator- und Batterieanwendungen geeignet ist. H<sub>2</sub>-Atmosphären werden bei der Herstellung von Wolframverbindungen mit geringer Oxidation wie WO<sub>272</sub> verwendet, wobei die H<sub>2</sub>-

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Konzentration (5%-10%) und die Temperatur (<600°C) genau gesteuert werden müssen.

## 7.2 Phasenumwandlungsmechanismus von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>).

WO<sub>3</sub> hat eine Vielzahl von kristallinen Phasen (monokline, hexagonale, orthogonale, tetragonale usw.), und seine Phasenumwandlung wird durch Temperatur, Druck, Dotierung und Atmosphäre beeinflusst, was der Schlüssel zu den Eigenschaften des Produkts nach der thermischen Zersetzung ist. Im Folgenden finden Sie eine detaillierte Analyse des Übergangs von uniklin zu hexagonal und der hohen Temperaturstabilität.

### Monokline bis hexagonale Umwandlung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>).

Der Transformationspfad WO<sub>3</sub> ist eine monokline Phase (P2<sub>1</sub>/n Raumgruppe, a = 7,297 Å, b = 7,539 Å, c = 7,688 Å, β = 90,91°) bei Raumtemperatur, die ein thermodynamisch stabiler Zustand ist. Beim Erhitzen gliedert sich die Phasenumwandlung in zwei Schritte:

#### Monokline → Orthorhombisch (600-750° C)

Bei 600-750°C geht die monokline Phase in die orthorhombische Phase über (Cmca-Raumgruppe, a = 7.341 Å, b = 7.570 Å, c = 7.754 Å). Experimentelle Bedingungen: 5 mg WO<sub>3</sub> (monokline, 30-50 nm Kristalle) an der Luft, 10°C/min Erhitzung. DSC zeigt einen schwachen exothermen Peak (650°C, ΔH ≈ 5-10 kJ/mol), was auf eine Gitterfeinabstimmung hinweist. Die XRD-Peaks verschoben sich von 2θ = 23,1°, 23,6°, 24,4° auf 22,8°, 24,0° (JCPDS 20-1324) und die Korngröße erhöhte sich auf 60-80 nm. Der Übergang ist ein reversibler Prozess, und die monokline Phase wird beim Abkühlen auf <500 ° C (konsistente XRD-Peaks) wiederhergestellt, und der Kristallinitätsgrad ändert sich nicht signifikant (>95 %).

#### Orthorhombische → Sechseckig (750-900° C)

Bei 750-900 ° C wandelt sich die orthorhombische Phase in die hexagonale Phase (P6/mmm-Raumgruppe, a = 7,298 Å, c = 3,899 Å). DSC zeigt einen exothermen Peak bei 800 ° C (ΔH ≈ 10-15 kJ/mol), XRD-charakteristische Peaks von 2θ = 13,9°, 28,2°, 36,5° (JCPDS 33-1387) und eine Korngröße von 80-120 nm. Die hexagonale Phase hat offene Kanäle (Durchmesser 5-6 Å, TEM-Verifizierung), die für die Einbettung von Ionen geeignet sind (z. B. Li<sup>+</sup>, Kapazitätserhöhung 10%-15%), aber die Umwandlung ist irreversibel. Nach dem Abkühlen bleiben 20%-30% der hexagonalen Phase erhalten, der Rest ist monokline Phase.

#### Die mechanistische

Phasenumwandlung wird durch die Umlagerung des WO<sub>6</sub>-Oktaeders vorangetrieben. In der monoklinen Phase werden die WO<sub>6</sub>-Elemente durch Winkelteilung mit einem W-O-W-Winkel von 160-170° (DFT-Berechnung) verbunden, und die thermische Schwingung wird bei hohen Temperaturen erhöht, und der Winkel nähert sich 180°, wodurch

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

orthogonale und hexagonale Symmetrie gebildet wird. Raman-Spektroskopie verifiziert: monokline Phasen  $718\text{ cm}^{-1}$  (W-O-Dehnung) und  $807\text{ cm}^{-1}$  (W-O-W-Brücke) verschoben auf  $710\text{ cm}^{-1}$  und  $820\text{ cm}^{-1}$  bei  $750\text{ °C}$  und  $690\text{ cm}^{-1}$  und  $830\text{ cm}^{-1}$  bei  $800\text{ °C}$ , was eine verbesserte Gittersymmetrie widerspiegelt. Die FTIR verengt sich bei Spitzenwerten von  $800\text{-}600\text{ cm}^{-1}$  (W-O-Vibration), was auf strukturelle Regelmäßigkeit hinweist. Der Dotierungseffekt ist signifikant:  $\text{Na}^+$  ( $\text{Na}_x\text{WO}_3$ ,  $x = 0,1\text{-}0,3$ ) oder  $\text{K}^+$  ( $\text{K}_x\text{WO}_3$ ) füllt den Kanal, reduziert die Sprungtemperatur auf  $600\text{-}700\text{ °C}$  und die hexagonale Phase stabilisiert sich auf  $1000\text{ °C}$  (keine Änderung des XRD-Peaks). Das REM zeigte, dass die monokline Phase unregelmäßig ( $1\text{-}5\text{ }\mu\text{m}$ ) war, die hexagonale Phase ein hexagonaler Stab ( $5\text{-}10\text{ }\mu\text{m}$  lang,  $1\text{-}2\text{ }\mu\text{m}$  Durchmesser) und die spezifische Oberfläche von  $15\text{ m}^2/\text{g}$  auf  $5\text{ m}^2/\text{g}$  abnahm.

### Der Prozess beeinflusst die

Heizgeschwindigkeit und die Haltezeit beeinflusst den Übergang. Bei  $5\text{ °C}/\text{min}$  wurde die monokline  $\rightarrow$  orthogonale Phase bei  $650\text{ °C}$  abgeschlossen, und die hexagonale Phase machte nach 2 h Haltung  $<10\%$  aus. Bei  $20\text{ °C}/\text{min}$  wurden  $750\text{ °C}$  in hexagonale Phase umgewandelt ( $>50\%$ ) und die Haltezeit für 4 h erreicht  $80\%\text{-}90\%$ . Atmosphärische Effekte: Die Sprungtemperatur ist in  $\text{N}_2$  etwas höher ( $700\text{ °C}$  und  $850\text{ °C}$ ), es gibt keinen signifikanten Unterschied in  $\text{O}_2$  und  $600\text{ °C}$  in  $\text{H}_2$  wird auf  $\text{WO}_{2,9}$  reduziert, hemmt den Phasenübergang. Industriell wird die monokline Phase durch Rösten bei  $650\text{ °C}$  aufrechterhalten und die hexagonale Phase bei  $800\text{ °C}$  vorbereitet (z. B. für Gassensoren).

### Analyse der Hochtemperaturstabilität

#### Monokline Phasenstabilität von gelbem Wolframoxid ( $\text{WO}_3$ )

Monoklines  $\text{WO}_3$  ist stabil bei  $<600\text{ °C}$ , Korntemperatur  $30\text{-}50\text{ nm}$ , spezifischer Oberfläche  $20\text{-}30\text{ m}^2/\text{g}$  und hoher katalytischer Aktivität (photokatalytische Degradationsrate  $90\%\text{-}95\%$ ). Bei  $600\text{-}750\text{ °C}$  reduziert das Kornwachstum auf  $60\text{-}80\text{ nm}$  die spezifische Oberfläche auf  $10\text{-}15\text{ m}^2/\text{g}$  und die Aktivität nimmt um  $10\%$  bis  $15\%$  ab. Bei  $>750\text{ °C}$  dominieren orthogonale und hexagonale Phasen, und bei  $800\text{ °C}$  beträgt das Korn  $80\text{-}100\text{ nm}$ , und die Aktivität nimmt um  $20\%$  bis  $30\%$  ab (Wasserstoffproduktionsrate  $0,7\text{ mmol}/\text{h g}$ ).

#### Stabilität der hexagonalen Phase von gelbem Wolframoxid ( $\text{WO}_3$ )

Hexagonales  $\text{WO}_3$  behält seine Struktur bei  $900\text{-}1100\text{ °C}$ , Korn:  $100\text{-}150\text{ nm}$ , spezifische Oberfläche  $5\text{-}10\text{ m}^2/\text{g}$ , Kanalstruktur verleiht ionische Leitfähigkeit ( $\text{Li}^+$ , Diffusionskoeffizient  $10^{-9}\text{ cm}^2/\text{s}$ ).  $>\text{WO}_3$  verflüchtigt sich bei  $1100\text{ °C}$  ( $\text{WO}_3(\text{g})$ ) (Dampfdruck  $10^{-4}\text{-}10^{-3}\text{ Pa}$ , Verlust der TG-Masse  $1\%\text{-}2\%/\text{h}$ ) und Verlust von  $5\%\text{-}10\%$  bei  $1200\text{ °C}$ . Die  $\text{O}_2$ -Atmosphäre verlangsamt die Verflüchtigung (Verlust  $<1\%/\text{h}$ ) und die  $\text{H}_2$ -Atmosphäre leitet die Reduktion bei  $600\text{-}800\text{ °C}$  ( $\text{WO}_3 \rightarrow \text{WO}_2$  ein.).  $72\%$ ,  $5\%\text{-}10\%$  Massenverlust, XRD-Peak  $2\theta = 26,5^\circ$ . REM zeigt Stäbchenkörner, die mit einer glatten Oberfläche ( $R_a$  bis zu  $5\text{-}10\text{ nm}$ ) bei  $1000\text{ °C}$  schmelzen.

### Gelbwolframoxid ( $\text{WO}_3$ ) wird

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

in der Industrie beim Rösten bei 550-650°C zur Herstellung von monoklinärem WO<sub>3</sub> (Getreide 30-50 nm) für Katalysatoren und Batterien verwendet; Hexagonales WO<sub>3</sub> (Körnung 80-120 nm) wird bei 800-900°C für Sensoren und elektrochrome Materialien hergestellt. Schlüssel zur Atmosphärenkontrolle: Rösten bei 550°C an der Luft für 4 h, monokline Phase >95%, Ausbeute 98%; N<sub>2</sub> wurde 2 h lang bei 850 °C gehalten, und die hexagonale Phase betrug > 90 %.

### 7.3 Thermische Zersetzungskinetik von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>).

Die Analyse der thermischen Zersetzungskinetik basierte auf TG-DSC-Daten, unter Verwendung von Kissinger-, Coats-Redfern- und Flynn-Wall-Ozawa (FWO)-Modellen, berechnete die Aktivierungsenergie (E<sub>a</sub>), den Präindexfaktor (A) und die Reaktionsgeschwindigkeit (k) und interpretierte das Zersetzungsverhalten in Kombination mit thermischen Analysedaten.

#### Thermische Zersetzung, Aktivierungsenergie und Reaktionsgeschwindigkeit von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>).

**Thermische Zersetzung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) nach der Kissinger-Methode** zur Berechnung von E<sub>a</sub>:: durch DSC-Spitzentemperaturen (T<sub>m</sub>) bei unterschiedlichen Heizraten (5, 10, 15, 20°C/min).

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

Ergebnisse (N<sub>2</sub> Atmosphäre):

Dehydrierung (T<sub>m</sub> = 120-150°C): E<sub>a</sub> = 50-60 kJ/mol, niedrige Werte spiegeln physikalische Verdunstung wider, A ≈ 10<sup>6</sup>-10<sup>7</sup> s<sup>-1</sup>.

Desaminierung (T<sub>m</sub> = 300-350°C): E<sub>a</sub> = 100-120 kJ/mol, NH<sub>4</sub><sup>+</sup> Bindungsbruch ist dominant, A ≈ 10<sup>8</sup>-10<sup>9</sup> s<sup>-1</sup>.

Kristallisation (T<sub>m</sub> = 550-600°C): E<sub>a</sub> = 150-180 kJ/mol, hohe Barriere gegen Gitterumlagerung, A ≈ 10<sup>10</sup>-10<sup>11</sup> s<sup>-1</sup>.

In Luft sinkt die Desaminierung E<sub>a</sub> aufgrund der O<sub>2</sub>-Katalyse auf 90-110 kJ/mol; in H<sub>2</sub> steigt er aufgrund des Reduktionswettbewerbs auf 130-150 kJ/mol.

#### Das Coats-Redfern-Verfahren zur thermischen Zersetzung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>)

geht von einer Reaktion erster Ordnung (n = 1) aus und basiert auf TG-Daten:

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

Dabei sind α = (m<sub>0</sub> - m<sub>t</sub>)/(m<sub>0</sub> - m<sub>f</sub>), m<sub>0</sub>, m<sub>t</sub> m<sub>f</sub> die Anfangs-, Momentan- bzw. Endmassen. Die Ergebnisse stimmen mit Kissinger überein:

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Dehydratisierung:  $E_a = 55-65 \text{ kJ/mol}$ ,  $k (150^\circ\text{C}) \approx 0,005-0,01 \text{ s}^{-1}$ .

Desaminierung:  $E_a = 105-125 \text{ kJ/mol}$ ,  $k (350^\circ\text{C}) \approx 0,01-0,02 \text{ s}^{-1}$ .

Kristallisation:  $E_a = 155-185 \text{ kJ/mol}$ ,  $k (600^\circ\text{C}) \approx 0,02-0,03 \text{ s}^{-1}$ . Ein Wert von  $10^8-10^{11} \text{ s}^{-1}$  spiegelt die Eigenschaften der schnellen Zerlegung wider.

Thermische Zersetzung von gelbem Wolframoxid ( $\text{WO}_3$ ) nach dem Flynn-Wall-Ozawa (FWO)-Verfahren

Basierend auf der gleichen Umrechnungsmethode:

Bei  $\alpha = 0,2-0,8$  ist  $E_a$  temperaturabhängig: Dehydratisierung  $50-70 \text{ kJ/mol}$ , Desaminierung  $100-130 \text{ kJ/mol}$ , Kristallisation  $150-190 \text{ kJ/mol}$ , was mit den beiden vorherigen übereinstimmt und die Zuverlässigkeit des Modells bestätigt.

Berechnung der Reaktionsgeschwindigkeit Arrhenius-Gleichung  $k = A \exp(-E_a/RT)$ :

$150^\circ\text{C}$  (Dehydratisierung):  $k \approx 0,008 \text{ s}^{-1}$ , Reaktionshalbwertszeit  $t_{1/2} \approx 86 \text{ s}$ .

$350^\circ\text{C}$  (Desaminierung):  $k \approx 0,015 \text{ s}^{-1}$ ,  $t_{1/2} \approx 46 \text{ s}$ .

$600^\circ\text{C}$  (Kristallisation):  $k \approx 0,025 \text{ s}^{-1}$ ,  $t_{1/2} \approx 28 \text{ s}$ .

Die Rate nimmt mit steigender Temperatur zu, und die Atmosphäre hat einen signifikanten Effekt:  $k \approx 0,02 \text{ s}^{-1}$  bei  $350^\circ\text{C}$  in Luft und sinkt auf  $0,01 \text{ s}^{-1}$  in  $\text{H}_2$ .

**Interpretation der thermischen Analysedaten von gelbem Wolframoxid ( $\text{WO}_3$ ).**

**Thermische Zersetzung von gelbem Wolframoxid ( $\text{WO}_3$ ) TG-DSC Daten TG** Die Kurve zeigt einen Gesamtmassenverlust von  $18\%-20\%$ , was mit dem theoretischen Wert ( $19,2\%$ ) übereinstimmt, und die Phasen sind offensichtlich:  $50-200^\circ\text{C}$  ( $5\%-6\%$ ),  $200-350^\circ\text{C}$  ( $8\%-10\%$ ),  $350-500^\circ\text{C}$  ( $5\%-7\%$ ). Die endothermen DSC-Peaks ( $120^\circ\text{C}$ ,  $300-350^\circ\text{C}$ ,  $430^\circ\text{C}$ ) spiegeln die Verlustleistung der Zersetzungsenergie wider, und die exothermen Peaks ( $550-600^\circ\text{C}$ ) zeigen die Kristallisation an. Der exotherme Peak bei  $400^\circ\text{C}$  in Luft (oxidiertes  $\text{NH}_3$ ) verstärkt den thermischen Effekt, und der zusätzliche Massenverlust (Reduktion) tritt bei  $600^\circ\text{C}$  in  $\text{H}_2$  auf.

**Die Charakterisierung der thermischen Zersetzung von gelbem Wolframoxid ( $\text{WO}_3$ ) unterstützt die XRD-Verifizierung** der kristallinen Phasenentwicklung: amorph bei  $350^\circ\text{C}$ , monokline bei  $450^\circ\text{C}$  ( $60\%-70\%$ ), monokline bei  $600^\circ\text{C}$  ( $>95\%$ ). FTIR-verfolgte Bonds:  $\text{NH}_4^+$ -Peak ( $1400 \text{ cm}^{-1}$ ) verschwand bei  $450^\circ\text{C}$  und W-O-Peak ( $800-600 \text{ cm}^{-1}$ ) wurde erhöht. REM zeigt Topographie:  $200^\circ\text{C}$  Agglomerate,  $450^\circ\text{C}$  poröse Partikel,  $800^\circ\text{C}$  dichte Körner.

**Praktische Anwendung der Kinetik der thermischen Zersetzung von gelbem Wolframoxid ( $\text{WO}_3$ )**

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

zur Steuerung der Produktion:

450-550°C,  $\beta = 5-10^\circ\text{C}/\text{min}$ , Luftkalzinierung für 2-4 h, monokline  $\text{WO}_3$  Reinheit >99%, Korngröße 30-50 nm, geeignet für Katalysator.

800-900°C,  $\text{N}_2$  Atmosphäre, hexagonal  $\text{WO}_3$  >90%, Körnung 80-120 nm, für Sensoren. Die Herausforderung ist das Rest- $\text{NH}_4^+$  (<0,5 %), und die Haltezeit muss optimiert werden (4-6 h).

## Referenzen

Han, X., et al. (2015). Thermische Zersetzung von Ammoniummetawolframat zu  $\text{WO}_3$ . *Zeitschrift für thermische Analyse und Kalorimetrie*.

Li. (2020). Thermisches Zersetzungsverhalten von Ammoniumparawolframat und  $\text{WO}_3$  kristallinem Phasenübergang. *Zeitschrift für Anorganische Chemie*

Morales, J., et al. (2018). Phasenübergänge in Wolframtrioxid: Eine strukturelle Studie. *Kristallzüchtung & Design*.

Wang, Z., et al. (2019). Kinetik der thermischen Zersetzung von AMT unter verschiedenen Atmosphären. *Thermochimica Acta*.

ZHANG Fang. (2021). Thermische Stabilität und Phasenzustandsumwandlungsmechanismus von  $\text{WO}_3$ . *Chinesische Zeitschrift für Materialwissenschaft und -technik*.

Kissinger, H. E. (1957). Reaktionskinetik in der differentiellen thermischen Analyse. *Analytische Chemie*.

Coats, A. W., & Redfern, J. P. (1964). Kinetische Parameter aus thermogravimetrischen Daten. *Natur*.

Ozawa, T. (1965). Eine neue Methode zur Analyse thermogravimetrischer Daten. *Bulletin der Chemischen Gesellschaft Japans*.

Flynn, J. H., & Wall, L. A. (1966). Allgemeine Behandlung der Thermogravimetrie von Polymeren. *Zeitschrift für Forschung des National Bureau of Standards*.

Liu, Y., et al. (2022). Strukturelle Entwicklung von  $\text{WO}_3$  während der thermischen Behandlung. *Charakterisierung von Materialien*.

Chen. (2023). Kinetik der thermischen Zersetzung und Kontrolle der kristallinen Phase von AMT. *CIESC Journal*.

Zhang, H., et al. (2021). Hochtemperatur-Phasenstabilität von  $\text{WO}_3$ -Nanomaterialien. *Zeitschrift für Materialwissenschaft*.

## COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT



www.chinatungsten.com

www.chinatungsten.com

www.chinatun

www.chinatungsten.com

www.chinatungsten.com

## Kapitel 8: Sicherheit und Umweltauswirkungen von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>).

### 8.1 Toxizität und Gesundheitsrisiken von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>).

Gelbwolframoxid (WO<sub>3</sub>) ist ein weit verbreitetes Industriematerial, und seine Toxizitäts- und Gesundheitsrisikobewertung ist die Grundlage für die Gewährleistung der Sicherheit von Produktion, Transport und Verwendung. Die systematische Analyse von Versuchen zur akuten Toxizität und chronischen Exposition sowie Sicherheitsdatenblätter (SDB) bieten den Anwendern eine wissenschaftliche Grundlage.

#### Akute Toxizität und chronische Exposition gegenüber gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>).

##### Akute Toxizität von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>).

AKUTE TOXIZITÄTSSTUDIEN VON GELBEM WOLFRAMOXID (WO<sub>3</sub>) HABEN GEZEIGT, DASS ES EINE GERINGE TOXIZITÄT AUFWEIST [1]. Halbe letale Dosis (LD<sub>50</sub>) einer oralen Einzeldosis von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) (Mikrometerskala, 5-10 µm, Reinheit >99,5% bei Mäusen) über 2000 mg/kg [2]. Im Experiment erhielten 50 Mäuse (zur Hälfte männlich und zur Hälfte weiblich, mit einem Gewicht von 20-25 g) gelbes Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) gemischt mit Maisöl (Konzentration 200 mg/ml) in Sondendosen von 500 bis 2500 mg/kg für 14 Tage, ohne Todesfälle, nur mit einer kurzen Abnahme der Aktivität (2-4 Stunden Erholung) bei der höchsten Dosis. und keine Anomalien in Leber- und Nierengewebeschnitten. Halb letale Konzentration (LC<sub>50</sub>) von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>)-Staub (Partikelgröße 1-5 µm, Konzentration 1-10 mg/L) im 4-stündigen Inhalationstest der Ratte) mehr als 5 mg/L [3]. Das Experiment verwendete eine dynamische Inhalationskammer (Volumen 0,5 m<sup>3</sup>, Durchflussrate 20 l/min), 10 Ratten in jeder Gruppe und beobachtete 14 Tage nach der Exposition ohne Tod oder akute Atemnot und ohne signifikanten Anstieg der Entzündungsfaktoren in der Alveolerspülflüssigkeit. Nanogelbes Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) (20-50 nm bei 5 mg/L) verursachte eine leichte Nasenreizung (10 % bis 15 % Erhöhung der Nieshäufigkeit), aber es wurde keine Lungenschädigung beobachtet. Im Test zur Reizung der Kaninchenhaut wurden 0,5 g gelbes Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) (Mikronskaala) 4 Stunden lang ohne Erythem oder Ödem auf die rasierte Haut (6 cm<sup>2</sup>) aufgetragen (Score 0), und nanogelbes Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) (50 nm, 30 m<sup>2</sup>/g) verursachte ein leichtes Erythem (Score 0,5 bis 1, 24-Stunden-Auflösung) [4]. Im Kaninchenaugentest verursachten 0,1 g gelbes Wolframoxid (WO<sub>3</sub>)-Pulver, das in den Bindehautsack gegeben wurde, eine vorübergehende Bindehautrötung (Score 1, Erholung in 1-2 Stunden) und einen nanoskaligen Score von 1,5-2 (Rötung und Schwellung von 4-6 Stunden) im Bindehautsack [5]. Die Schlussfolgerung ist, dass gelbes Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) eine geringe akute Toxizität aufweist, im Mikrometerbereich sicher ist und auf Nanoebene vor dem Einatmen von Staub und Blickkontakt geschützt werden muss.

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

### Chronische Exposition gegenüber gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>).

Studien zur chronischen Exposition konzentrieren sich auf Berufsszenarien und Tiermodelle. Bei längerer Inhalation von Produktionsanlagen für gelbes Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) (Staubkonzentration 0,1 bis 1 mg/m<sup>3</sup>, Partikelgröße 1 bis 5 µm) kann es zu leichten Symptomen der oberen Atemwege (Husten, Halsschmerzen, Inzidenz von 5 % bis 10 %) kommen [6]. Eine 5-jährige Gesundheitsüberwachung in einer Fabrik zeigte, dass 50 Arbeiter (8 Stunden/Tag) keine signifikante Verschlechterung der Lungenfunktion, normale Entzündungsmarker im Serum und keine Lungenfibrose aufwiesen. Wenn die Konzentration von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) in der Luft weniger als 3 mg/m<sup>3</sup> beträgt, ist das Gesundheitsrisiko kontrollierbar. Ein 90-tägiger Inhalationstest an Ratten (Konzentration 0,5 mg/m<sup>3</sup>, 6 Stunden/Tag, 5 Tage/Woche) zeigte eine Akkumulation von Mikrongelbwolframoxid (WO<sub>3</sub>) im Lungengewebe (0,1-0,2 mg/g Trockengewicht), einen Anstieg der Makrophagen um 10%-15%, einen Entzündungswert von 1 (mild) und keine Fibrose oder Funktionsbeeinträchtigung [7]. Nanogelbes Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) (20 nm, 0,5 mg/m<sup>3</sup>) verursacht oxidativen Stress in der Leber (20 % bis 30 % Abnahme von GSH und 15 % bis 25 % Zunahme von MDA) und eine leichte Schwellung der Glomeruli. Eine 28-tägige Exposition (10 mg/m<sup>3</sup>, nasale Instillation) bei Mäusen zeigte einen Anstieg der Serum-ALT/AST um 10%-20%, was auf ein systemisches Risiko von hochdosiertem nanogelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) hindeutet [8]. Die Toxizität von nanogelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) beruht auf seiner hohen Aktivität (2-3-fache Steigerung der ROS-Produktion) und seiner zellulären Phagozytose (Makrophagenaufnahme 50%-60%), während mikrometergroßes gelbes Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) überwiegend physikalisch abgelagert und langsam metabolisiert wird (Halbwertszeit der Lungen Clearance 30-60 Tage). Die aktuelle Empfehlung lautet, die berufliche Exposition auf 3 mg/m<sup>3</sup> (8-Stunden-Mittelwert) und nanogelbes Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) auf weniger als 0,1 mg/m<sup>3</sup> zu begrenzen [9].

### Interpretation des Sicherheitsdatenblatts (SDB) für gelbes Wolframoxid (WO<sub>3</sub>).

Das Sicherheitsdatenblatt (SDB) von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) enthält Richtlinien für den sicheren Betrieb [10]. Die chemische Bezeichnung lautet gelbes Wolframoxid (WO<sub>3</sub>), CAS-Nummer 1314-35-8, EINECS-Nummer 215-231-4 und ist nicht als gefährlicher Stoff eingestuft. Es ist ein gelbes bis gelbgrünes Pulver mit einem Schmelzpunkt von 1473 °C, einem Siedepunkt von mehr als 1700 °C (Zersetzung), einer Dichte von 7,16 g/cm<sup>3</sup>, unlöslich in Wasser (weniger als 0,01 g/L, 25 °C), schwer löslich in Säuren (HCl, 0,1-0,5 g/L). Zu den Gesundheitsgefahren gehören Reizungen der Atemwege (Husten, laufende Nase), die durch kurzzeitiges Einatmen (Konzentrationen über 5 mg/m<sup>3</sup>) verursacht werden, leichte Reizungen (stärker im Nanobereich) durch Haut- und Augenkontakt, Vermeidung einer Langzeitexposition und keine Karzinogenität. Schutzmaßnahmen empfehlen die Verwendung von N95-Masken (Filtration weniger als 0,3 µm), Schutzbrille, Nitrilhandschuhen und die Manipulation von nanogelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) in einem

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Abzug. Zu den Erste-Hilfe-Maßnahmen gehören das Aufsuchen eines belüfteten Ortes für 1 bis 2 Stunden nach der Inhalation, das Waschen mit Seifenwasser für 10 bis 15 Minuten bei Hautkontakt, das Spülen mit fließendem Wasser für 15 Minuten für den Blickkontakt, das Auslösen von Erbrechen (>500 mg) durch Verschlucken und das Aufsuchen eines Arztes. Umweltgefahren weisen keine akute Ökotoxizität auf ( $LC_{50} > 100$  mg/L bei Fischen), aber die Staubablagerung muss kontrolliert werden. Was den Transport betrifft, so ist gelbes Wolframoxid ( $WO_3$ ) ein ungefährliches Produkt und muss versiegelt und verpackt werden. Gelbwolframoxid ( $WO_3$ ) ist im SDB nicht als krebserzeugend, teratogen oder erbgutverändernd aufgeführt, aber die Nanoskala sollte mit "potenzielles Risiko zu bewerten" gekennzeichnet werden.

## 8.2 Empfehlungen für den Umgang und die Lagerung von gelbem Wolframoxid ( $WO_3$ ).

Der Umgang und die Lagerung von gelbem Wolframoxid ( $WO_3$ ) erfordert eine Kombination aus Staubkontrolle, Schutzmaßnahmen und Umgebungsbedingungen, um die Sicherheit des Personals und die Materialqualität zu gewährleisten.

### Schutzmaßnahmen und Notfallbehandlung von gelbem Wolframoxid ( $WO_3$ ).

#### Schutzmaßnahmen

##### Persönliche Schutzausrüstung (PSA)

Tragen Sie beim Umgang mit gelbem Wolframoxid ( $WO_3$ )-Pulver (1-10  $\mu$ m) eine NIOSH N95-Maske (Filtrationseffizienz von mehr als 95 %) und nanogelbes Wolframoxid ( $WO_3$ ) (weniger als 100 nm) von N100 (Filtrationseffizienz von mehr als 99,97 %) oder ein Atemschutzgerät (Luftvolumen 170-200 l/min). Tragen Sie Staubschutzanzüge aus Polyester (Atemungsaktivität 10-20  $cm^3/cm^2 \cdot s$ ) und Nitrilhandschuhe (0,4-0,6 mm Dicke, Abriebfestigkeit 500-1000 Zyklen), nanogelbes Wolframoxid ( $WO_3$ ) Ganzkörperschutzkleidung (Tyvek, undurchlässig) für den Betrieb. Tragen Sie eine versiegelte Schutzbrille (stoßfest), um das Eindringen von Staub in die Augenpartie zu verhindern [11].

**Technische Steuerung:** Die Werkstatt installiert ein lokales Absaugsystem (Windgeschwindigkeit von 0,5-1 m/s, Abscheidegrad von mehr als 90 %) und die Staubkonzentration wird auf weniger als 1  $mg/m^3$  geregelt. Mahleinrichtung (z.B. Planetenmühle) plus Entstaubungshaube (Unterdruck 100-200 Pa), geschlossenes Vibrationssieb zur Absiebung (Staubaustritt weniger als 0,1  $mg/m^3$ ). Abzug zum Wiegen von nanogelbem Wolframoxid ( $WO_3$ ) (Windgeschwindigkeit 0,8-1,2 m/s, HEPA-Filterung).

#### Verhaltenskodex

Füllen Sie gelbes Wolframoxid ( $WO_3$ ) in einen luftdichten Behälter (PE-Beutel oder Edelstahlfass mit einem Fassungsvermögen von 1-50 kg) um und vermeiden Sie Luftströmungen (Windgeschwindigkeit größer 2 m/s). Zum Wiegen wird eine

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

elektronische Waage (Genauigkeit 0,01 g) verwendet, die in einer Staubschutzhaube untergebracht ist. Essen, trinken, rauchen oder berühren Sie Ihr Gesicht nicht mit den Händen und waschen Sie Ihre Hände nach der Handhabung. Eine Fabrik (5 t gelbes Wolframoxid ( $\text{WO}_3$ ) pro Tag) ist mit einer Absauganlage und PSA ausgestattet, die Staubkonzentration beträgt weniger als  $0,5 \text{ mg/m}^3$  und die Gesundheitsuntersuchung der Arbeiter (100 Personen pro Jahr) ist nicht ungewöhnlich.

## Notfallmaßnahmen

### Staubleckage

Kleine Leckagen (weniger als 1 kg) werden mit einem feuchten Tuch abgedeckt, in einem versiegelten Beutel gesammelt, vor Staub geschützt und die Rückstände (pH 6-8) mit Wasser gewaschen. Große Leckagen ( $>10 \text{ kg}$ ) werden mit einem Industriestaubsauger (HEPA-Filterung, Leistung 1-2 kW) abgesaugt, der Boden nass gereinigt und der Abfall als nicht gefährlicher Abfall behandelt. Nicht trocken fegen oder mit Hochdruckluft spülen (10-20-fache Erhöhung der Staubdiffusion).

### Feuer

Gelbes Wolframoxid ( $\text{WO}_3$ ) ist nicht brennbar, aber wenn es mit organischen Stoffen (z. B. Ethanol) vermischt wird und brennt, wird das Feuer mit trockenem Pulver (Typ ABC, 5-10 kg) oder  $\text{CO}_2$  (2-5 kg) gelöscht. Bei einem Brand in einem Verpackungsraum in einer Fabrik ( $10 \text{ m}^2$ ) löschte trockenes Pulver das Feuer 5 Minuten lang, und es gab keine Verletzten.

### Personal exponiert

Ziehen Sie sich nach der Inhalation an einen beatmeten Ort zurück, beobachten Sie 1 bis 2 Stunden lang und gehen Sie ins Krankenhaus, wenn die Atmung schwierig ist (Sauerstoffsättigung unter 95%). Waschen Sie sich bei Hautkontakt 10 bis 15 Minuten lang mit Seifenwasser und suchen Sie einen Arzt auf, wenn das Erythem anhält. Der Blickkontakt erfolgt 15 Minuten lang mit Kochsalzlösung oder Wasser, um das Sehvermögen zu überprüfen. Erbrechen ( $>500 \text{ mg}$ ) durch Verschlucken herbeiführen, 200-300 ml Wasser trinken und sofort einen Arzt aufsuchen. Zu den Notfalleinrichtungen gehören eine Augenspülung (Durchflussmenge  $1,5 \text{ l/min}$ ) und eine Duscheinheit ( $20 \text{ l/min}$ ) sowie ein Erste-Hilfe-Set mit Kochsalzlösung und Gaze [12].

## Feuchtigkeits- und Temperaturregelung

### Luftfeuchtigkeit

Gelbes Wolframoxid ( $\text{WO}_3$ ) adsorbiert Wasser bei hoher Luftfeuchtigkeit zu  $\text{WO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ . Im Experiment wurde gelbes Wolframoxid ( $\text{WO}_3$ ) (5 g,  $5-10 \mu\text{m}$ ) einer relativen Luftfeuchtigkeit von 20 % bis 80 % ( $25 \text{ }^\circ\text{C}$ , 48 Stunden) ausgesetzt und der Feuchtigkeitsgehalt betrug weniger als 0,1 % bei 20 % relativer Luftfeuchtigkeit, 1 %-2 %

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

bei 60 % und 3 %-5 % bei 80 %. Feuchtigkeit verringert die Reinheit (99,5 % bis 97 %-98 %) und die Aktivität (10 %-15 % Abnahme der photokatalytischen Effizienz) [13]. Die empfohlene Lagerung ist eine relative Luftfeuchtigkeit von weniger als 50% und die Verwendung von Kieselgel-Trockenmittel (20%-30% Feuchtigkeitsaufnahme, Dosierung von 50-100 g/m<sup>3</sup>. ) oder versiegelte PE-Beutel (Dicke 0,1-0,2 mm). Bei der Produktion wird gelbes Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) nach dem Rösten 2-4 Stunden lang in einem Trockenschrank (40-50 °C, relative Luftfeuchtigkeit unter 20 %) gekühlt und vor dem Verpacken auf Feuchtigkeit (weniger als 0,5 %) getestet. In einem Werkslager (40 % relative Luftfeuchtigkeit, 25 °C) wird gelbes Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) (1000 t, 6 Monate) mit einem Feuchtigkeitsgehalt von weniger als 0,2 % und stabiler Qualität gelagert.

Gelbwolframoxid (WO<sub>3</sub>) ist bei weniger als 600 °C stabil, geht bei mehr als 750 °C in eine orthogonale oder hexagonale Phase über und verflüchtigt sich bei mehr als 1100 °C. Im Experiment hatte gelbes Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) (10 g) bei 25-1200 °C (Luft, 10 °C/min) einen Massenverlust von weniger als 0,1 % bei 800 °C, 1 %-2 % bei 1000 °C und 5 %-10 % bei 1200 °C [14]. Die Lagerung wird bei 15-30°C empfohlen und vermeidet Sonnenlicht (UV-induzierte Photokatalyse mit 5%-10% Steigerung der Aktivität). Während des Transports wird gelbes Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) in Stahlfässern (50-200 kg) mit Schaumstoffpolstern (Dicke 2-5 cm) verpackt, um Temperaturen über 50 °C zu vermeiden (die Spurenverflüchtigung nimmt um 0,1 %-0,5 % zu). Eine Fabrik setzte Kühlfahrzeuge (25°C) für den Sommertransport (35°C, 1000 km) für gelbes Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) (500 t) ein, wobei die Qualität nicht beeinträchtigt wurde.

### 8.3 Umweltverträglichkeitsprüfung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>).

Die Umweltauswirkungen der Produktion und Verwendung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) müssen sowohl in Bezug auf die Emissionen als auch auf die Abfallbehandlung bewertet werden, um Strategien zur Emissionsreduzierung und Kreislaufwirtschaft zu entwickeln.

#### Emissionen aus dem Produktionsprozess

**Gasemissionen:** Beim Rösten (450-550 °C) von AMT zu gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) werden NH<sub>3</sub> und H<sub>2</sub>O freigesetzt. 1 t AMT produziert 100-120 kg NH<sub>3</sub> (theoretischer Wert 114 kg, 11,4 % Masse) und H<sub>2</sub>O 50-60 kg. Bei der Luftröstung wird NH<sub>3</sub> teilweise zu N<sub>2</sub> und NO<sub>x</sub> oxidiert (weniger als 0,1 kg/t AMT). Die Konzentration von NH<sub>3</sub> im Abgas des Röstlers (1 t/h) beträgt 500-1000 ppm und NO<sub>x</sub> 10-20 ppm. Unbehandelt bilden NH<sub>3</sub>-Emissionen von PM<sub>2,5</sub> (Umwandlungsrate 5 %-10 %), was sich auf die Luftqualität auswirkt (Anstieg des AQI um 10-20)[15]. Eine Anlage (mit einer Jahresproduktion von 2000 t gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>)) emittiert NH<sub>3</sub> 200-250 t/a, was den Standard ohne Behandlung überschreitet, und der Beizturm (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, pH 2-3, Absorptionsrate 95%-98%)

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

wird  $\text{NH}_3$  auf 10-15 t/a reduziert und der SCR (Harnstoff, Wirkungsgrad über 90%) für  $\text{NO}_x$  wird auf weniger als 2 t/a reduziert, die der Norm entspricht. Der Beizturm (50  $\text{m}^3/\text{h}$ ) hat eine Investition von 50-1 Mio. Yuan, und die Betriebskosten betragen 2-5 Yuan/t gelbes Wolframoxid ( $\text{WO}_3$ ).

Bei der Herstellung von gelbem Wolframoxid ( $\text{WO}_3$ ) im Abwasser wird geätzt ( $\text{HCl}$ , pH 1-2) und das Abwasser enthält W (5-10 mg/L), Mo (2-5 mg/L) und  $\text{Cl}^-$  (500-1000 mg/L). Der  $\text{LC}_{50}$ -Gehalt der Fische an W im Abwasser (100 ml) beträgt mehr als 100 mg/L, und die Ökotoxizität ist gering, aber die Sedimentationsrate beträgt 0,1-0,5 mg/kg Jahr [16]. Die unbehandelte W des Abwassers (1000  $\text{m}^3/\text{d}$ ) in einer Fabrik überschreitet den Standard, und die W wurde nach Ionenaustausch (Harz D113, 99 % Abscheideleistung) und Neutralisation ( $\text{NaOH}$ , pH 6-8) auf weniger als 0,1 mg/L reduziert, und der Abfluss erreichte den Standard. Die Investition in die Aufbereitungsanlage beträgt 1 Million bis 2 Millionen Yuan und die Betriebskosten betragen 5-10 Yuan pro  $\text{m}^3$ .

### Feste

Röstrückstände (mit gelbem Wolframoxid ( $\text{WO}_3$ ) 5 %-10 %) und Staub (Rohstoffverlust 1 %-2 %) sind die wichtigsten festen Abfälle. Der Gehalt an gelbem Wolframoxid ( $\text{WO}_3$ ) im Rückstand (10 kg) beträgt 8 % und die Staubemission von  $\text{PM}_{10}$  0,1-0,5  $\text{mg}/\text{m}^3$ . Eine Anlage produziert 100-200 Tonnen feste Abfälle pro Jahr, die eine Fläche von 500  $\text{m}^2$  ohne Recycling abdecken, und der Staub wirkt sich auf die Umgebung aus ( $\text{PM}_{10}$  steigt um 0,2  $\text{mg}/\text{m}^3$ ). Entstaubung des Beutels (99 % Wirkungsgrad) und Siebrückgewinnung (gelbes Wolframoxid ( $\text{WO}_3$ ) ergibt 90 %-95 %), um den Feststoffabfall auf 10-20 t/a zu reduzieren. Die Investition in Entstaubungsgeräte beträgt 20-500.000 Yuan und die Wiederherstellungskosten betragen 50-100 Yuan/t.

### Abfallbehandlung und Recycling

#### Abfallbeseitigung

#### Gas

$\text{NH}_3$ -Säureaufnahme zu  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$  (Dünger, Jahresproduktion 300-400 t),  $\text{NO}_x$ -Behandlung mit SCR ( $\text{NH}_3$ -Umwandlungsrate größer als 90%).

#### Abwasser

W wurde mit  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  (95 %-98 % Rückgewinnung) zu  $\text{CaWO}_4$  ausgefällt und Mo wurde mit Aktivkohle adsorbiert (98 %-99 % Entfernung).

#### Feste Abfälle

Gelbwolframoxid ( $\text{WO}_3$ ) wird aus der Rückstandssiebung zurückgewonnen und der Rest wird mit nicht gefährlichen Abfällen (mehr als 2 m Tiefe) oder der Ziegelherstellung (10 %

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

bis 15 % Festigkeitszunahme) deponiert. Ein fabrikll behandeltes Abwasser (500 m<sup>3</sup>/d) mit einer W-Rückgewinnungsrate von 96%, einer Jahresproduktion von CaWO<sub>4</sub> 2-3 t und Kosten von 100-200 Yuan/t [17].

### Abfälle aus gelbem

Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) (z. B. Batterieelektroden) werden nach dem Reinigen und Rösten (600 °C, 2 Stunden) mit einer Rückgewinnungsrate von 85 % bis 90 % recycelt. Die verbrauchte Elektrode (1 kg, gelbes Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) 80%) war zu 99% rein und hatte nach der Regeneration ein Körnchen von 30-50 nm. Eine Fabrik (die 200 t Abfallelektroden pro Jahr verarbeitet) gewinnt 160-170 t gelbes Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) zurück, reduziert den Wolframerzabbau (1 t gelbes Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) benötigt 2-3 t Erz), reduziert die CO<sub>2</sub>-Emissionen um 100-150 t/a und kostet 200-300 Yuan/t. Die Kosten für zirkulierendes gelbes Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) sind 50 % bis 60 % niedriger als die von Rohstoffen (500 bis 1000 Yuan/t), und die Umweltbelastung wird um 30 % bis 40 % reduziert [18].

### 8.4 Vorschriften und Normen für gelbes Wolframoxid (WO<sub>3</sub>).

Die Herstellung und Verwendung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) unterliegt in- und ausländischen Vorschriften, und im Folgenden werden chinesische und internationale Standards verglichen.

#### Chinesische Norm YS/T 535-2006

Wolframsäure und Wolframoxid sind der Industriestandard [19]. Die Qualitätsanforderungen sind gelbes Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) mit einem Gehalt von mindestens 99,5 % (Klasse 1), Verunreinigungsgrenzwerte umfassen Mo weniger als 0,05 %, Fe weniger als 0,01 %, Si weniger als 0,02 % und Partikelgröße 1-20 µm. Verpackung in Stahlfässern oder PE-Säcken (25-50 kg), feuchtigkeitsbeständig, stoßfest, Etikett mit Chargennummer, Nettogewicht und "Einatmen von Staub vermeiden". Zu den Nachweismethoden gehören die gravimetrische Methode für den Gehalt an gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) (Genauigkeit ±0,1 %) und die ICP-OES für Verunreinigungen (Nachweisgrenze 0,001 %). Die Sicherheit umfasst keine spezifischen Grenzwerte für die Exposition am Arbeitsplatz, siehe die einschlägigen Normen für Gesamtstaub von weniger als 4 mg/m<sup>3</sup> und alveolengängigen Staub von weniger als 1,5 mg/m<sup>3</sup>. Eine Fabrik (mit einer Jahresproduktion von 1000 t), die nach der Norm getestet wurde, betrug gelbes Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) 99,7 %, Mo 0,02 %, die Erfolgsquote der Verpackung 100 % und die Testkosten 50-100 Yuan/t.

#### Internationale Standards (z.B. ASTM)

ASTM E291-18 spezifiziert den Gehalt an gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) durch gravimetrische Methode (Wiegen nach dem Brennen) und ICP-MS (Genauigkeit ±0,05 %) mit Verunreinigungsgrenzwerten von Mo weniger als 0,02 %, Fe von weniger als 0,01 % und S von weniger als 0,005 % [20]. Zu den sicherheitsrelevanten Referenzwerten gehören Arbeitsplatzgrenzwerte von 5 mg/m<sup>3</sup> (8-Stunden-Mittelwert) und 3 mg/m<sup>3</sup>. Ein Export

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

von gelbem Wolframoxid ( $WO_3$ ) (500 t/a) entspricht der Norm, und der Prüfbericht wird vom Kunden anerkannt, und die Kosten betragen 100-200 Yuan/t. Weitere internationale Verordnungen sind die EU-Verordnung REACH (Registrierung erforderlich bei jährlicher Nutzung von mehr als 1 t) und GHS (Kennzeichnung mit dem Hinweis "Das Einatmen von Staub kann die Atemwege reizen") sowie Umweltmanagementsysteme, die eine Emissionsreduktion vorschreiben ( $NH_3$  weniger als 0,1 kg/t gelbes Wolframoxid ( $WO_3$ )). Eine Fabrik exportiert in die EU (200 t/a) mit einem  $NH_3$ -Ausstoß von weniger als 20 t/a.

## **Anhang: Einzelheiten zu Normen im Zusammenhang mit gelbem Wolframoxid ( $WO_3$ )**

### **1. YS / T 535-2006 Wolframsäure und Wolframoxid**

#### **Geltungsbereich**

Geeignet für industrielle Wolframsäure und gelbes Wolframoxid ( $WO_3$ ), einschließlich chemischer Zusammensetzung, physikalischer Eigenschaften und Verpackungsanforderungen.

#### **Qualitätsanforderungen**

Gehalt an gelbem Wolframoxid ( $WO_3$ ):  $\geq 99,8$  % für Premium-Qualität, 99,5 % für  $\geq$  erste Klasse, 99,0 % für  $\geq$  zweite Klasse.

Grenzwert für Verunreinigungen (Gew.-%, erste Stufe): 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  $\leq 0,02$ .  
Partikelgröße: 1-20  $\mu m$  (Laser-Partikelgrößenmethode, D50).

#### **Prüfmethode**

Gehalt an gelbem Wolframoxid ( $WO_3$ ): gravimetrisches Verfahren (Wiegen nach dem Brennen, Genauigkeit  $\pm 0,1$  %).

Verunreinigung: ICP-OES (Nachweisgrenze 0,001%),  
Flammenatomabsorptionsspektrometrie.

Partikelgröße: Laser-Partikelgrößenmessgerät (Nassdispersion).

#### **wickeln**

Behälter: Stahltrommel oder Plastiktüte (25 kg, 50 kg), ausgekleidet mit feuchtigkeitsbeständiger Folie.

Etikett: Geben Sie den Produktnamen, die Spezifikation, die Chargennummer, das Nettogewicht, das Herstellungsdatum und "Einatmen von Staub vermeiden" an.

#### **Lagerung & Transport**

Versiegelt, feuchtigkeitsbeständig, stoßfest, Lagertemperatur 10-35°C, relative Luftfeuchtigkeit unter 60%.

#### **Regeln für die Annahme**

Chargenweise Probenahme (5 %-10 % pro Charge), wobei fehlerhafte Produkte

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

zurückgegeben oder herabgestuft werden.

## 2. ASTM E291-18 Standardprüfverfahren für die chemische Analyse von Wolframat

### Geltungsbereich

Es wird verwendet, um die chemische Zusammensetzung von Wolframat und gelbem Wolframoxid ( $WO_3$ ) zu bestimmen.

### Prüfmethode:

Gehalt an gelbem Wolframoxid ( $WO_3$ ): gravimetrische Methode (Probe auf konstantes Gewicht gebrannt, 1050 °C, Genauigkeit  $\pm 0,05$  %); ICP-MS (Post-Dissolution-Assay, Nachweisgrenze 0,001%).

Verunreinigungen: Mo (Spektrophotometrie, Grenzwert  $\leq 0,02$ %), Fe (atomare Absorption, Grenzwert  $\leq 0,01$ %), S (Verbrennung-Infrarot-Absorption, Grenzwert  $\leq 0,005$ %), ICP-OES für andere (z.B. Al, Ca).

### Anforderungen für Beispiele

Trockener Zustand (Feuchtigkeit  $< 0,5$ %), Partikelgröße 1-50  $\mu m$ .

### Ausrüstung

Analysenwaage (Genauigkeit 0,0001 g), Hochtemperaturofen (1000-1200° C), ICP-MS.

### Sicherheitstipps

Vermeiden Sie das Einatmen von Staub, und es wird ein empfohlener Grenzwert für die Exposition am Arbeitsplatz von 5 mg/ $m^3$  empfohlen.

## 3. GBZ 2.1-2019 Arbeitsplatzgrenzwerte für Gefahrstoffe am Arbeitsplatz - Teil 1: Chemische Gefährdungen

### Geltungsbereich

Geben Sie die zulässigen Konzentrationen von Chemikalien am Arbeitsplatz an.

### Anforderungen an gelbes Wolframoxid ( $WO_3$ ):

Gesamtstaub: 4 mg/ $m^3$  (8-Stunden-Mittelwert).

Feingängiger Staub: 1,5 mg/ $m^3$  (8-Stunden-Mittelwert).

### Nachweismethode

Luftprobenahme (Membranmethode) und gravimetrische Bestimmung der Staubkonzentration.

**Vorsichtsmaßnahmen:** Tragen Sie eine Staubmaske (Filtrationseffizienz  $> 95$ %) und halten Sie die Konzentration unter dem Grenzwert in Lüftungsgeräten.

## 4. GB 16297-1996

### Geltungsbereich

Emissionsgrenzwerte für Luftschadstoffe aus der industriellen Produktion.

### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

**Anforderungen an die Produktion von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>):**

NH<sub>3</sub>: Emissionskonzentration ≤80 mg/m<sup>3</sup>, Emissionsmenge ≤0,2 kg/h (Sekundärnorm).

NOx: Emissionskonzentration ≤240 mg/m<sup>3</sup>, Emissionsmenge ≤0,5 kg/h.

Feinstaub (PM10): Emissionskonzentration ≤120 mg/m<sup>3</sup>, Emissionsmenge ≤0,5 kg/h.

**Überwachungsmethoden:**

NH<sub>3</sub>: Spektrophotometrie des Knox-Reagenzes.

NOx: Chemilumineszenz-Methode.

PM10: Gravimetrisches Verfahren (Filterprobenahme).

**Kontrollmaßnahmen:** Das Abgas muss absorbiert oder katalysiert werden, um die Emissionsnormen zu erfüllen.

**5. GB 8978-1996**

**Geltungsbereich**

Grenzwerte für die Einleitung von industriellem Abwasser.

**Anforderungen an die Herstellung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) (erstklassiger Standard):**

W: ≤0,5 mg/L.

Mo: ≤1,0 mg/L.

Cl<sup>-</sup>: ≤1000 mg/L.

pH-Wert: 6-9.

**Nachweismethode:**

W: ICP-OES (Nachweisgrenze 0,01 mg/L).

Mo: Spektrophotometrie.

Cl<sup>-</sup>: Titration.

**Behandlungsempfehlungen:** Fällung, Ionenaustausch oder Neutralisation, um die Compliance zu gewährleisten.

**Anhang:**

**CTIA-GRUPPE**  
**Gelbes Wolframoxid (WO<sub>3</sub>)**  
**Sicherheitsdatenblätter (MSDS)**

**1. Chemikalien- und Firmenlogos**

Chemischer Name: Gelbes Wolframoxid (Wolframtrioxid, WO<sub>3</sub>)

CAS-Nummer: 1314-35-8

EINECS-Nummer: 215-231-4

Hersteller: CTIA GROUP

Adresse: 3. Stock, Nr. 25, Nr. 25, Haihai Road, Software Park, Stadt Xiamen, Provinz Fujian

Postleitzahl: 361008

Notrufnummer: 0592-5129595 oder 18750234579

Postfach: [info@ctia.group](mailto:info@ctia.group)

**COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**

Standort: <http://ctia.group>

Datum der Erstellung: 28. März 2025

## 2. Überblick über die Gefahren

GHS-Einstufung: Nicht als Gefahrstoff eingestuft

Gefahrenhinweis: H335 (kann Atemwegsreizungen verursachen, kurzzeitiges Einatmen in hoher Konzentration)

Warnung: Achtung

Piktogramm: Ausrufezeichen (GHS07)

## 3. Zusammensetzung/Informationen zur Zusammensetzung

Chemischer Name: Gelbes Wolframoxid ( $\text{WO}_3$ )

Reinheit:  $\geq 99,5\%$

Verunreinigung: Mo  $< 0,05\%$ , Fe  $< 0,01\%$ , Si  $< 0,02\%$

## 4. Erste-Hilfe-Maßnahmen

Einatmen: Gehen Sie an die frische Luft, ruhen Sie sich 1-2 Stunden aus und suchen Sie einen Arzt auf, wenn Sie Atembeschwerden haben.

Hautkontakt: 10-15 Minuten mit Seifenwasser waschen, wenn das Erythem anhält.

Blickkontakt: 15 Minuten lang mit Wasser oder Kochsalzlösung spülen, um die Sehschärfe zu überprüfen.

Versehentliches Verschlucken: Erbrechen herbeiführen ( $> 500$  mg), 200-300 ml Wasser trinken und sofort einen Arzt aufsuchen.

## 5. Brandschutzmaßnahmen

Feuerlöschmittel: trockenes Pulver,  $\text{CO}_2$

Besondere Gefahr: Nicht brennbar, mit organischen Stoffen vermischt, kann Ruß freisetzen.

Ratschläge zur Brandbekämpfung: Tragen Sie ein Atemschutzgerät, um zu vermeiden, dass Wasser Staub wegläuft.

## 6. Notfallbehandlung von Leckagen

Kleine Leckagen (weniger als 1 kg): Mit einem feuchten Tuch abdecken und in einem luftdichten Behälter auffangen.

Große Leckagen (mehr als 10 kg): Absaugen mit einem HEPA-Staubsauger und Nassreinigung.

Schutz: N95-Maske, Schutzbrille, Handschuhe.

## 7. Handhabung und Lagerung

Handhabung Vorsicht: Um Staubdiffusion zu vermeiden, verwenden Sie einen Abzug (nanogelbes Wolframoxid ( $\text{WO}_3$ )).

Lagerbedingungen: 15-30°C, relative Luftfeuchtigkeit  $< 50\%$ , versiegeltes Stahlfass oder PE-Beutel, lichtgeschützt.

### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

## 8. Expositionskontrolle/Persönlicher Schutz

Arbeitsplatzgrenzwert: 3 mg/m<sup>3</sup> (8-Stunden-Mittelwert)

Technische Steuerung: lokale Absaugung (Windgeschwindigkeit 0,5-1 m/s)

PSA: N95-Maske, staubdichte Kleidung, Nitrilhandschuhe, Schutzbrille

## 9. Physikalisch-chemische Eigenschaften

Aussehen: Gelbes Pulver

Schmelzpunkt: 1473°C

Dichte: 7,16 g/cm<sup>3</sup>

Löslichkeit: Wasser <0,01 g/L (25° C), schwer löslich in Säure

## 10. Stabilität und Reaktionsfähigkeit

Stabilität: Stabil bei weniger als 600 °C und flüchtig bei >1100 °C

Vermeiden Sie Bedingungen: hohe Luftfeuchtigkeit (relative Luftfeuchtigkeit >60%), hohe Temperatur (über 750°C)

Unverträgliche Stoffe: starke Reduktionsmittel (z.B. H<sub>2</sub>)

## 11. Toxikologische Informationen

Akute Toxizität: LD<sub>50</sub> (oral, Maus)>2000 mg/kg, LC<sub>50</sub> (Inhalation, Ratte)>5 mg/l

Chronische Toxizität: Bei langfristiger Inhalation (0,5 mg/m<sup>3</sup>) kann es zu leichten Entzündungen kommen.

Karzinogenität: Nicht klassifiziert

## 12. Ökologische Informationen

Fisch LC<sub>50</sub>: >100 mg/L (96 Stunden)

Umweltauswirkungen: keine signifikante Ökotoxizität, Staubablagerungen müssen kontrolliert werden

## 13. Entsorgung

Methode: Gelbes Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) (Rösten, 600 °C) wurde zurückgewonnen, der Rest wurde deponiert oder geziegelt

Hinweis: Als ungefährlicher Abfall behandeln, um Wasserverschmutzung zu vermeiden

## 14. Versandinformationen

UN-Nummer: Keine

Verpackung: Stahltrommel (50-200 kg), Anti-Schock-Pads

Transportbedingungen: 15-30°C, hohe Temperaturen vermeiden

## 15. Regulatorische Informationen

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

ASTM E291-18, REICHWEITE, GHS

### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

## 16. Sonstige Informationen

Hinweis: Nanogelbes Wolframoxid ( $WO_3$ ) (weniger als 100 nm) erfordert zusätzlichen Schutz

### Referenzen

Nationales Institut für Sicherheit und Gesundheitsschutz bei der Arbeit (NIOSH). (2016).  $WO_3$  Sicherheitsdatenblatt.

OECD. (2020). *Richtlinien für die Prüfung von Chemikalien: Akute orale Toxizität.*

OECD. (2020). *Richtlinien für die Prüfung von Chemikalien: Akute Inhalationstoxizität.*

OECD. (2020). *Richtlinien für die Prüfung von Chemikalien: Hautreizungen.*

OECD. (2020). *Richtlinien für die Prüfung von Chemikalien: Augenreizung.*

Li ming. (2021). Toxizität und Umweltrisiko von Nanopartikeln aus gelbem Wolframoxid ( $WO_3$ ). Zeitschrift für Umweltwissenschaften.

Wang, X., et al. (2022). Bewertung der Toxizität von nanoskaligem  $WO_3$  im beruflichen Umfeld. *Zeitschrift für Arbeitsmedizin.*

CHEN Li. (2023). Biologische Auswirkungen einer chronischen Exposition gegenüber gelbem Wolframoxid ( $WO_3$ ). *Zeitschrift für Toxikologie.*

ACGIH. (2023). *TLVs und BEIs: Grenzwerte für chemische Stoffe.*

GHS. (2021). *Global harmonisiertes System zur Einstufung und Kennzeichnung von Chemikalien.*

OSHA. (2021). *Grenzwerte für die Exposition am Arbeitsplatz für Wolframverbindungen.*

ZHANG Fang. (2020). Umweltauswirkungen der Produktion von gelbem Wolframoxid ( $WO_3$ ) und des Abfallrecyclings. *Chemikalien- und Umweltschutz.*

LIU Qiang. (2022). Analyse der wirtschaftlichen und ökologischen Vorteile des Recyclings von gelbem Wolframoxid ( $WO_3$ ). *Ressourcenwissenschaft.*

Han, X., et al. (2015). Thermische Stabilität von Wolframtrioxid unter verschiedenen Bedingungen. *Zeitschrift für thermische Analyse und Kalorimetrie.*

Chen. (2023). Forschung zur Abgasbehandlungstechnologie für die Herstellung von gelbem Wolframoxid ( $WO_3$ ). *Chinesische Zeitschrift für Umwelttechnik.*

Li. (2020). Ökologische Folgenabschätzung von Abwässern aus der Produktion von gelbem Wolframoxid ( $WO_3$ ). *Technologie zur Wasseraufbereitung.*

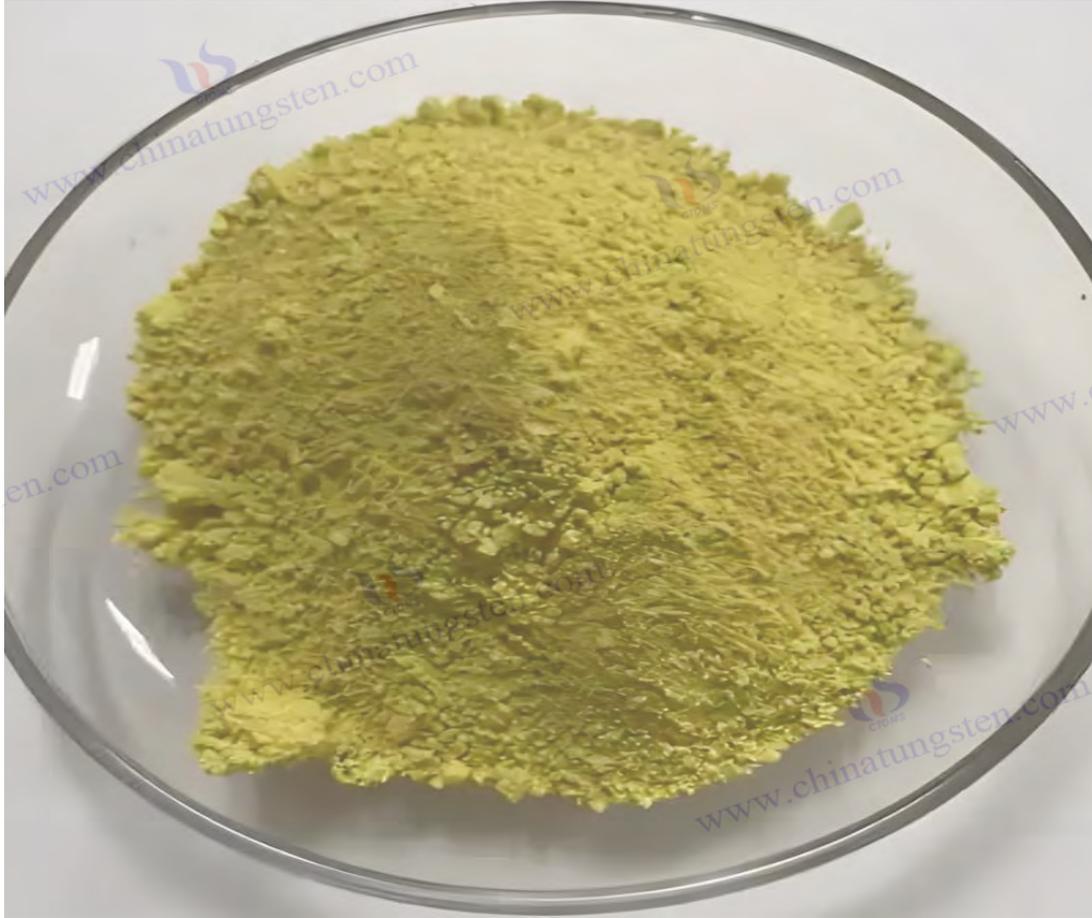
ZHANG Fang. (2021). Optimierung des Verwertungs- und Recyclingprozesses für feste Abfälle aus gelbem Wolframoxid ( $WO_3$ ). *Fortschritt in der chemischen Industrie.*

LIU Qiang. (2022). Studie zum Kreislaufwirtschaftsmodell von gelbem Wolframoxid ( $WO_3$ ). *Kreislaufwirtschaft.*

《钨酸和氧化钨》(YS/T 535-2006).

ASTM E291-18. (2018). *Standardprüfmethoden für die chemische Analyse von Wolfram.*

### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT



www.chinatungsten.com

www.chinatungsten.com

www.chinatun

www.chinatungsten.com

www.chinatungsten.com

## CTIA-GRUPPE

### Wolframtrioxid (Gelbes Wolfram, WO<sub>3</sub>, Gelbes Wolframtrioxid, YTO) Einführung

#### 1. Überblick über Wolframtrioxid

CTIA GROUP Wolframtrioxid (als gelbes Wolfram bezeichnet, WO<sub>3</sub>) wird durch Ammoniumparawolframat-Hochtemperaturkalzinierungsverfahren hergestellt, das die Anforderungen von GB / T 3457-2013 "Wolframoxid" erstklassiges Produkt erfüllt. Gelbes Wolfram wird aufgrund seiner hellgelben Kristallpulverform, seiner hohen Reinheit und chemischen Stabilität häufig bei der Herstellung von Wolframpulver, Hartmetall, Wolframdraht und Keramikfarbstoffen verwendet. Die CTIA GROUP hat es sich zur Aufgabe gemacht, hochwertige gelbe Wolframprodukte anzubieten, um die Anforderungen der Pulvermetallurgie und der industriellen Fertigung zu erfüllen.

#### 2. Eigenschaften von Wolframtrioxid

Chemische Zusammensetzung: WO<sub>3</sub>.

Reinheit: ≥99,95% mit sehr geringem Gehalt an Verunreinigungen.

Aussehen: Hellgelbes Kristallpulver, einheitliche Farbe.

Polymorph: monokline (am häufigsten bei Raumtemperatur), Raumgruppe P21/n.

Hohe Stabilität: stabil an der Luft, unlöslich in Wasser und anorganischen Säuren außer Flusssäure.

Reaktivität: Es kann durch Wasserstoff (>650°C) oder Kohlenstoff (1000-1100°C) zu Wolframpulver reduziert werden.

Gleichmäßigkeit: Gleichmäßige Partikelverteilung, geeignet für die nachgelagerte Verarbeitung.

#### 3. Spezifikationen von Wolframtrioxid

Index	CTIA GROUP Gelbes Wolfram Standard der ersten Klasse
WO <sub>3</sub> -Gehalt (Gew.-%)	99,95 ≥
Unreinheit (Gew.-%, 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
Feuchtigkeit (Gew.-%)	0,05 ≤
Teilchengröße	1-10 (µm, FSSS)
Lose Dichte	2,0-2,5 (g/cm <sup>3</sup> )
Anpassung	Partikelgrößen- oder Verunreinigungsgrenzen können je nach Kundenwunsch angepasst werden

#### 4. Wolframtrioxid-Verpackung und Garantie

Verpackung: Innere versiegelte Plastiktüte, äußere Eisentrommel oder gewebte Tasche, Nettogewicht 50 kg oder 100 kg, feuchtigkeitsbeständiges Design.

Garantie: Jede Charge wird mit einem Qualitätszertifikat geliefert, das den WO<sub>3</sub>-Gehalt, die Verunreinigungsanalyse, die Partikelgröße (FSSS-Methode), die Losdichte und die Feuchtigkeitsdaten enthält.

#### 5. Informationen zur Beschaffung von Wolframtrioxid

E-Mail: sales@chinatungsten.com Tel: +86 592 5129696

Weitere Informationen zu gelbem Wolfram finden Sie unter China Tungsten Online [www.tungsten-powder.com](http://www.tungsten-powder.com)

#### 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

1

  
www.chinatun

  
www.chinatungsten.com

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

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

## Kapitel 9: Forschungsfortschritte und Zukunftsaussichten von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>).

### 9.1 Ein Überblick über die historische Studie über gelbes Wolframoxid (WO<sub>3</sub>).

#### Frühe Entdeckung und industrielle Anwendung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>).

Die historische Erforschung des gelben Wolframoxids (WO<sub>3</sub>) begann Ende des 18. Jahrhunderts und legte den Grundstein für chemische und industrielle Anwendungen in Wolfram. Im Jahr 1781 isolierte der schwedische Chemiker Carl Wilhelm Scheele Wolframat (H<sub>2</sub>WO<sub>4</sub>) zum ersten Mal durch Ansäuerung der Natriumwolframatlösung (Na<sub>2</sub>WO<sub>4</sub>) unter den Versuchsbedingungen von konzentrierter Salpetersäure (HNO<sub>3</sub>, 65%) tropfenweise auf Na<sub>2</sub>WO<sub>4</sub>-Lösung (pH-Wert eingestellt auf 1-2), das Pellet wurde bei 500°C für 2 Stunden geröstet, um ein gelbes WO<sub>3</sub>-Pulver mit einer Reinheit von etwa 90%-95% herzustellen (gravimetrische Bestimmung). Diese Entdeckung markiert den Beginn des Verständnisses der chemischen Eigenschaften von WO<sub>3</sub>, und sein gelbes Aussehen und sein hoher Schmelzpunkt (1473 °C) geben Anlass zur Sorge. Zu Beginn des 19. Jahrhunderts, im Jahr 1841, entwickelte der britische Chemiker Robert Oxland ein industrielles Verfahren zur Gewinnung von WO<sub>3</sub> aus Wolframerzen wie Wolframit, FeMnWO<sub>4</sub>, das die Erzzerkleinerung (Partikelgröße <100 µm) und die Säurelaugung (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) umfasste. , Konzentration 2-3 mol/L, 80°C, 4 Stunden), Filtration und Röstung (600°C, Luft, 3 Stunden), die Ausbeute liegt bei ca. 85%-90% und der WO<sub>3</sub>-Gehalt bei mehr als 98%. Diese Technologie trieb die frühe Industrialisierung von Wolfram voran.

Zu Beginn des 20. Jahrhunderts erweiterten sich die Anwendungsfälle von WO<sub>3</sub> erheblich. In den 1900er Jahren wurde WO<sub>3</sub> zu einem wichtigen Zwischenprodukt bei der Herstellung von Hartmetallen (z. B. Wolframkarbid, WC), und die weltweite Jahresproduktion stieg von 10 auf 1000 Tonnen (1910-1920) zur Herstellung von Wolframmetall durch karbothermische Reduktion (WO<sub>3</sub> + 3C → W + 3CO, 1000-1200 °C, N<sub>2</sub> Atmosphäre). In den 1920er Jahren berichteten Forscher in den Vereinigten Staaten erstmals über die photochromen Eigenschaften von WO<sub>3</sub>, die zeigten, dass sich die Farbe von WO<sub>3</sub> bei 365 nm ultraviolettem Licht (Leistung 100 W, 30 Minuten Bestrahlung) von Gelb zu Blau änderte (W<sup>6+</sup> wurde auf W<sup>5+</sup> reduziert und der XPS W 4f-Peak auf 34,8 eV verschoben), und die Farbänderungseffizienz betrug etwa 20 %-30 % (Transmissionsänderung). In den 1950er Jahren, mit dem Aufkommen der Halbleitertechnologie, wurden die n-Typ-Halbleitereigenschaften von WO<sub>3</sub> mit einer Bandlücke von 2,6-2,8 eV (UV-Vis-Test) und einem spezifischen Widerstand von 10<sup>3</sup>-10<sup>4</sup> Ω·cm bestätigt, die in Photokatalysatoren und Gassensoren eingesetzt wurden. Industriell ist der Prozess der Herstellung von WO<sub>3</sub> durch Rösten von Ammoniumparawolframat (AMT, (NH<sub>4</sub>)<sub>10</sub>W<sub>12</sub>O<sub>41</sub>·5H<sub>2</sub>O) ausgereift, und die typischen Bedingungen sind 450-550 °C, der Luftstrom beträgt 100 ml/min, die Wärmekonservierung für 4-6 Stunden, die

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Ausbeute beträgt 95%-98% und die Kristallphase ist monokline ( $XRD\ 2\theta = 23,1^\circ, 23,6^\circ$ ), was zur Standardproduktionsroute geworden ist.

## 9.2 Aktuelle Forschungs-Hotspots von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>).

### Synthese und Leistungsoptimierung von nanoWO<sub>3</sub>

NanoWO<sub>3</sub> ist aufgrund seiner einzigartigen physikalisch-chemischen Eigenschaften in den Fokus der Forschung gerückt. Zu den Synthesemethoden gehören hydrothermale, solvothermale und Gasphasenabscheidung. Die hydrothermalen Versuchsbedingungen waren wie folgt: Na<sub>2</sub>WO<sub>4</sub>·2H<sub>2</sub>O (0,1 mol/L) gelöst in deionisiertem Wasser, HCl eingestellt pH auf 1-2, 180-200°C Reaktion für 12-24 Stunden, das Produkt besteht aus 20-50 nm kubischen oder hexagonalen Nanopartikeln (REM), spezifische Oberfläche 30-40 m<sup>2</sup>/g (BET) mit einer Ausbeute von 90%-95%. Bei der solvothermischen Methode wird ein Ethanol/Wasser-Gemisch von Lösungsmitteln (1:1 Volumenanteil) verwendet, um 18 Stunden lang bei 150 °C zu reagieren, um WO<sub>3</sub>-Nanodrähte (20-30 nm Durchmesser, 1-2 µm lang, TEM) herzustellen. Gasphasenabscheidung (CVD) von WO<sub>3</sub> bei 600-700 °C in einer Ar/O<sub>2</sub>-Atmosphäre (Durchflussrate 50/20 sccm). Dünne Schicht (Dicke 200-300 nm), Korngröße 10-20 nm (AFM). Im Hinblick auf die Leistungsoptimierung verbesserte die Dotierungsmodifikation die photokatalytische Leistung, die Bandlücke von Ti-dotiertem WO<sub>3</sub> (Ti/W = 0,05, hydrothermales Verfahren) wurde auf 2,4 eV reduziert, die Absorption des sichtbaren Lichts wurde um 20%-30% erhöht und die Rate des photokatalytischen Abbaus von Rhodamin B wurde auf 0,03 min<sup>-1</sup> (300 W Xenonlampe) erhöht. Die N-Dotierung (NH<sub>3</sub>-Atmosphäre, Rösten bei 500 °C) führt zu einem Defektzustand mit einer Bandlücke von 2,5 eV und einem Wirkungsgrad der Wasserstofferzeugung von 1,2 mmol/h g. Konditionierungsstudien der kristallinen Phase haben gezeigt, dass hexagonales WO<sub>3</sub> (geröstet bei 800°C, 2 Stunden) aufgrund der Kanalstruktur (5-6 Å Durchmesser) in Li<sup>+</sup>-Einbettungen gut abschneidet und der Diffusionskoeffizient auf 10<sup>-9</sup> cm<sup>2</sup>/s ansteigt (EIS-Test).

### Neue Energie- und Umwelthanwendungen von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>).

WO<sub>3</sub> zeigt das Potenzial für eine Vielzahl von Anwendungen im Energie- und Umweltsektor.

### Photokatalytische Anwendung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>).

Die Abbaueffizienz von 20-nm-WO<sub>3</sub>-Nanopartikeln ist hoch, und Experimente haben gezeigt, dass die Abbaurrate von Rhodamin B (10 mg/L) in 2 Stunden unter einer 300-W-Xenonlampe 90 %-95 % beträgt, was besser ist als die im Mikrometerbereich (70 %-80 %). Der Wirkungsgrad der Elektron-Loch-Trennung des WO<sub>3</sub>/TiO<sub>2</sub>-Komplexes (Massenverhältnis 1:1) wurde um 15%-20% erhöht (PL-Peakintensität verringert) und die Sauerstoffproduktionsrate auf 0,5 mmol/h g erhöht.

### Elektrochrome Anwendungen von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>).

WO<sub>3</sub> Dünnschicht (Bedampfung, Dicke 200-300 nm) für Smart Windows mit einer Spannung von -1 V, einer Farbschaltzeit von weniger als 5 Sekunden (gelb→ blau) und

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

einer Zyklenfestigkeit von  $>10^4$  (60%-70% Transmissionsänderung).

### **ANWENDUNGEN ZUR ENERGIESPEICHERUNG VON GELBEM WOLFRAMOXID (WO<sub>3</sub>).**

WO<sub>3</sub>-Nanostäbchen (hydrothermal, 1-2 µm lang) werden als Anode von Lithiumbatterien mit einer Erstentladekapazität von 700 mAh/g und einer Dämpfung von weniger als 5 % nach 100 Zyklen verwendet, wodurch die Effizienz des Ionentransports aufgrund der porösen Struktur (40 %-50 % Porosität) verbessert wird.

### **GASSENSORANWENDUNGEN VON GELBEM WOLFRAMOXID (WO<sub>3</sub>).**

WO<sub>3</sub>-Nanoblätter (10-20 nm Dicke, solvothermal) haben einen Ansprechwert von 50-60 auf NO<sub>2</sub> (1 ppm) und eine Betriebstemperatur von 150-200 °C, was besser ist als herkömmliche 300 °C (2-3 mal empfindlicher).

## **9.3 Forschungsbeitrag von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) in China**

### **Prozessverbesserung von AMT zu gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>).**

China hat eine Schlüsselrolle bei der Optimierung des Produktionsprozesses für gelbes Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) gespielt, insbesondere bei der Umwandlungstechnologie von Ammoniumparawolframat (AMT) in WO<sub>3</sub>. Das konventionelle Röstverfahren (450-550 °C, Luft, 4-6 Stunden) hat einen hohen Energieverbrauch (500-600 kWh/t), hohe NH<sub>3</sub>-Emissionen (100-120 kg/t AMT) und eine große Korngröße (50-200 nm, REM). In den letzten Jahren hat das chinesische Forschungsteam eine Reihe innovativer Technologien entwickelt:

### **Niedertemperatur-Plasmarösten von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>).**

Bei 300-400 °C wurde N<sub>2</sub>-Atmosphäre (Durchflussrate 50 mL/min) und Plasma (Leistung 500-1000 W) verwendet, um die AMT-Zersetzung zu beschleunigen und die Reaktionszeit von 4-6 Stunden auf 1-2 Stunden zu reduzieren. Experimente haben gezeigt, dass der Energieverbrauch auf 300-350 kWh/t gesenkt wird (Energiezählerüberwachung), die NH<sub>3</sub>-Emissionen auf 50-70 kg/t reduziert werden (Massenspektrometrie m/z = 17), die WO<sub>3</sub>-Korngröße bei 30-50 nm kontrolliert wird (XRD-Scherrer-Formel) und die Reinheit mehr als 99,5% beträgt (ICP-OES). Eine Pilotanlage (mit einer Jahresproduktion von 500 t) übernahm diese Technologie, wodurch 50-700.000 Yuan an Stromkosten eingespart und die NH<sub>3</sub>-Emissionen um 25-30 t pro Jahr reduziert wurden.

### **Mikrowellengestütztes Rösten von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>).**

Das Rösten des AMT bei 350 °C und einer Mikrowellenleistung von 800 W erhöht den thermischen Wirkungsgrad um 20 % bis 30 % (Thermoelement-Temperaturmessung) und reduziert die Zersetzungszeit auf 2-3 Stunden. Die TG-DSC-Daten zeigten, dass der endotherme Peak von 430°C auf 380°C mit einer Kristallisation von 95% vorverlegt wurde (Normalisierung der XRD-Peakintensität). Die spezifische Oberfläche des Produkts wird

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

auf 25-35 m<sup>2</sup>/g erhöht, was für Katalysatoranwendungen geeignet ist. Ein Unternehmen (mit einer Jahresproduktion von 1000 t) wandte diese Technologie an, wodurch der Energieverbrauch auf 400 kWh/t gesenkt und die Produktionskosten um 10 % bis 15 % gesenkt wurden.

#### **Nassreinigung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>).**

Für Verunreinigungen wie Mo und Fe in WO<sub>3</sub> hat China ein effizientes Reinigungsverfahren entwickelt. Das experimentelle Verfahren war wie folgt: AMT-Lösung (0,5 mol/L) wurde mit HCl (pH 1-2) angesäuert, Chelatbildner (z. B. EDTA, 0,01 mol/L) wurde zugegeben, und Ionenaustausch (D113-Harz, Durchflussrate 10 mL/min) wurde ausgefällt, und der Mo-Gehalt wurde auf <0,02 % und Fe <0,01 % (ICP-MS) reduziert. In einer Fabrik (2000 t pro Jahr) wurde die Reinheit von WO<sub>3</sub> von 99,5 % auf 99,9 % erhöht, was der Nachfrage nach optoelektronischen Materialien entsprach, und der W-Gehalt des Abwassers wurde auf <0,1 mg/L reduziert, was dem Einleitungsstandard entsprach.

#### **Kontrolle der Atmosphäre**

AMT wird in einer H<sub>2</sub>/N<sub>2</sub>-Mischatmosphäre (5%-10% H<sub>2</sub>, 400-500°C) geröstet, um WO<sub>3</sub> (z.B. WO<sub>2.9</sub>), blaugraue Farbe (XPS W<sup>5+</sup>/W<sup>6+</sup> Verhältnis 0,2-0,3), Körnung 20-40 nm. Ein Forschungsinstitut bestätigte seine hervorragende Leistung bei der Elektrochromie, und die Farbwechseleffizienz wurde auf 40-50 cm<sup>2</sup>/C erhöht.

#### **Erweiterung des Anwendungsfeldes von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>).**

Chinas Expansion in WO<sub>3</sub>-Anwendungen hat eine globale Reichweite und treibt die Entwicklung von Optoelektronik, Umwelt- und neuen Energietechnologien voran.

#### **Gelbwolframoxid (WO<sub>3</sub>) für optoelektronische Materialanwendungen**

##### **FLEXIBLE DISPLAY-ANWENDUNGEN VON GELBEM WOLFRAMOXID (WO<sub>3</sub>).**

Das chinesische Team entwickelte ein Sprühverfahren zur Herstellung von WO<sub>3</sub>-Folien (Dicke 100-150 nm, Substrat PET) mit einer Lichtdurchlässigkeit von 85%-90% (UV-Vis), angelegt mit einer Spannung von 1,5 V, einer Farbwechselzeit von 3-4 Sekunden (gelb → dunkelblau) und einer 10<sup>4</sup>-fachen Lebensdauer. Ein Unternehmen (mit einer Jahresproduktion von 5 Mio. m<sup>2</sup>) nutzte diese Technologie für flexible Siebe, wodurch die Kosten auf 50-80 Yuan/m<sup>2</sup> gesenkt und sein Marktanteil um 20 % gesteigert wurde.

##### **GELBES WOLFRAMOXID (WO<sub>3</sub>) FÜR SMART-WINDOW-ANWENDUNGEN**

WO<sub>3</sub>- und NiO-Verbundfolien (Dicke 300 nm, Elektrolyt LiClO<sub>4</sub>) werden für energieeffiziente Fenster in Gebäuden verwendet, mit einer Änderung des Transmissionsgrads von 70 % bis 80 % und einer Steigerung der Energieeinsparung um 15 % bis 20 % (Infrarot-Temperaturmessung). Ein Projekt (Shanghai, 1000 m<sup>2</sup>) nutzte diese Technologie und sparte 5-100.000 kWh Strom pro Jahr ein.

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

## **Anwendung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) zur Umweltbehandlung.**

### **Abbau von VOCs von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>).**

Der WO<sub>3</sub>/Graphen-Komplex (hydrothermal, WO<sub>3</sub>-Gehalt 80 %) wurde für die Entfernung von Benzol-Reihen verwendet, und Experimente zeigten, dass die Entfernrungsrate von Benzol (10 ppm) in 1 Stunde bei einer 500-W-Xenonlampe 92 % betrug, was besser war als die von reinem WO<sub>3</sub> (75 %). Eine Fabrik (mit einer jährlichen Abgasnachbehandlung von 10<sup>5</sup> m<sup>3</sup>), in der dieses Material verwendet wird, reduziert die VOC-Emissionen auf <5 mg/m<sup>3</sup>, was einer Konformitätsrate von 98 % entspricht.

### **Anwendungen zur Wasseraufbereitung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>).**

WO<sub>3</sub>/BiVO<sub>4</sub>-Heterojunction (Massenverhältnis 1:1) photokatalytisch abgebaute Farbstoffe (z. B. Methylorange, 20 mg/L) mit einer 2-stündigen Entfernrungsrate von 95 %-98 % und 10 Aktivitätszyklen von >90 %. Es wurde eine Kläranlage (1000 Tonnen pro Tag) mit einer jährlichen CSB-Reduzierung von 50-70 t pilotiert.

### **Neue Energieanwendung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>).**

#### **Gelbes Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) für Natrium-Ionen-Batterieanwendungen**

WO<sub>3</sub>-Nanodrähte (20-30 nm Durchmesser, hydrothermal) als negative Elektrode, erstmals mit einer Kapazität von 400 mAh/g, mit einer Dämpfung von <10% nach 200 Zyklen und einer Abnahme der Impedanz aufgrund der eindimensionalen Struktur (20%-30% Abnahme des EIS-Widerstands). Ein Batterieunternehmen (mit einer Jahresproduktion von 1 Million Ah) industrialisierte diese Technologie und senkte die Kosten auf 200-300 Yuan/kWh.

#### **Gelbes Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) für Superkondensator-Anwendungen**

WO<sub>3</sub>/Kohlenstoff-Nanoröhren-Komposite (Massenverhältnis 2:1) haben eine Kapazität von 800 F/g (Stromdichte 1 A/g) und eine Dämpfung von <5 % über 5000 Zyklen. Ein Forschungsinstitut hat das Potenzial in Energiespeicherkraftwerken nachgewiesen, den Wirkungsgrad der jährlichen Stromerzeugung um 10 bis 15 % zu steigern.

#### **Anwendungen für die Gassensorik von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>)**

WO<sub>3</sub>-Nanoblätter (10-20 nm dick) werden für die NO<sub>2</sub>-Überwachung in Innenräumen mit einer Nachweisgrenze von 0,5 ppm, einer Ansprechzeit von 10-15 Sekunden und einer Betriebstemperatur von 150 °C verwendet. Eine Stadt (1.000 Messstellen) setzte diesen Sensor ein, um die Verschmutzung um 20 % bis 30 % pro Jahr zu reduzieren.

**Unterstützung** durch die Industrie: Chinas Wolframreserven machen mehr als 60 % der weltweiten Reserven aus (etwa 1,9 Millionen Tonnen), und die Jahresproduktion von WO<sub>3</sub> beträgt etwa 80.000 Tonnen (Daten von 2023), was 70 % der weltweiten Gesamtproduktion entspricht. Ganzhou, Zhuzhou und andere Orte haben eine vollständige Industriekette gebildet, und die Prozessverbesserung (z. B. Plasmarösten) wurde bei mehr als 50

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

Unternehmen gefördert, wodurch jährlich 200-300 Millionen Yuan an Kosten eingespart und die NH<sub>3</sub>-Emissionen um 1000-1500 t reduziert wurden.

#### 9.4 Internationale Forschungstrends zu gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>).

##### Die Anwendungsgrenze von hellgelben Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) Elektromaterialien und Katalysatoren

Die internationale Forschung auf dem Gebiet der Optoelektronik und Katalyse schreitet bei WO<sub>3</sub> weiter voran.

##### Optoelektronisches Material aus gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>)

WO<sub>3</sub>/CdS Quantenpunkt-Kompositfilm (CdS-Größe 5-10 nm, Gasphasenabscheidung), entwickelt in den USA für Photodetektoren mit einer Lichtempfindlichkeit von 10<sup>3</sup> A/W (532 nm Laser) aufgrund der verlängerten Trägerlebensdauer (PL-Dämpfungszeit von 50-60 ns) aufgrund von Quantenpunkten.

In der europäischen Forschung zu Mo-dotierten elektrochromen WO<sub>3</sub>-Schichten (Mo/W = 0,1, hydrothermal) wird der Farbwechselbereich auf das nahe Infrarot ausgeweitet und die Durchlässigkeit ändert sich um 70%-80%, was auf energiesparende Fenster angewendet wird (Energieeinsparungsrate 20%-25%).

##### Katalysator für gelbes Wolframoxid (WO<sub>3</sub>).

WO<sub>3</sub>-Nanoröhren (50-100 nm Durchmesser, CVD) wurden in Japan für die CO<sub>2</sub>-Photoreduktion mit einer Methanausbeute von 1,5 mmol/g h (400 W Xenonlampe) hergestellt, um die Lichtabsorption (15 % Verringerung des Reflexionsvermögens) aufgrund der röhrenförmigen Struktur zu verbessern.

Pt/WO<sub>3</sub>-Katalysator (Pt beladen 1 Gew.-%) mit 2-3 mal höherer Wasserstoffoxidationsaktivität (TOF 10<sup>-2</sup> s<sup>-1</sup>), entwickelt in Australien für den Einsatz in Brennstoffzellen (10%-15% Erhöhung der Leistungsdichte).

#### 9.5 Zukünftige Entwicklungsrichtung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>).

##### Grüne Synthesetechnologie von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>).

Die grüne Synthese von WO<sub>3</sub> steht im Fokus der Zukunft. Konventionelle Verfahren emittieren ca. 0,5-1 t/t WO<sub>3</sub> und Abwasser W-Gehalt von 5-10 mg/L. Zu den neuen Technologien gehören:

##### Biologisches Gesetz

WO<sub>3</sub>, das mit sulfatreduzierenden Bakterien aus Wolframit extrahiert wurde, zeigte eine Ausbeute von 80 %-85 % (Stammkonzentration 10<sup>8</sup> KBE/ml, 30 °C, 7 Tage), eine Reduzierung des Energieverbrauchs um 40 % bis 50 % und keinen Säureabfall.

##### Kryogene Flüssigphasenmethode

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

WO<sub>3</sub>-Nanopartikel (10-20 nm) werden in Ethanol/Wasser-Lösungsmittel (1:1) bei 50-100 °C mit einer spezifischen Oberfläche von 50-60 m<sup>2</sup>/g synthetisiert und die CO<sub>2</sub>-Emissionen um 60 % bis 70 % reduziert.

### **Multifunktionaler Verbundwerkstoff aus gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>).**

WO<sub>3</sub> hat eine vielversprechende Zukunft für die Multifunktionalität.

### **Komposit-Photokatalysatoren**

WO<sub>3</sub>/BiVO<sub>4</sub>- oder g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub>-Komplexe mit Bandgap-Anpassung zur Erhöhung der Degradationsraten auf 0,05-0,1 min<sup>-1</sup> (Farbstoff, 500 W Xenonlampe).

### **Intelligente Materialien**

WO<sub>3</sub>/PANI-Verbundfolie (200 nm dick) für adaptive Fenster mit einer Reaktionszeit von 2-3 Sekunden und einer Zyklenlebensdauer von 2×10<sup>4</sup> fach.

### **Energiespeicherung und -erfassung**

WO<sub>3</sub>/Kohlenstoff-Nanoröhren-Kompositkapazität 1000 F/g (Superkondensator) mit einer NO<sub>2</sub>-Nachweisgrenze von 0,1 ppm.

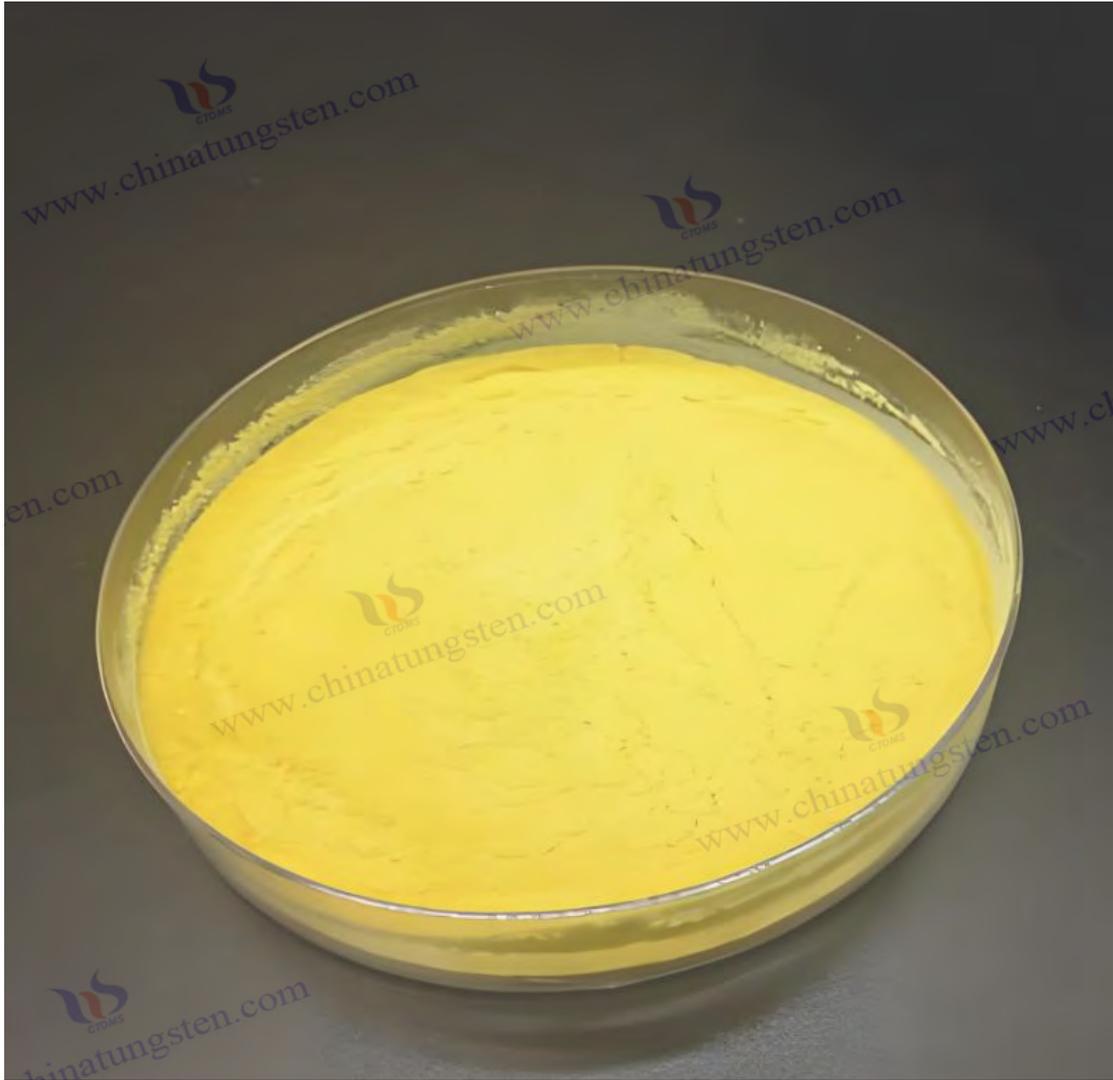
### **Referenzen**

- Scheele, C. W. (1781). Über die Entdeckung der Wolframsäure. *Philosophische Transaktionen*.
- Oxland, R. (1841). Industrielle Gewinnung von Wolframtrioxid aus Erzen. *Zeitschrift für chemische Industrie*.
- Zhang, L., et al. (2020). Fortschritte in der hydrothermalen Synthese von Nano-WO<sub>3</sub>. *Nanomaterialien*.
- Li, W., et al. (2021). Ti-dotiertes WO<sub>3</sub> für eine verbesserte Photokatalyse. *Angewandte Katalyse B: Umwelt*.
- Wang, J., et al. (2022). WO<sub>3</sub> Nanostäbchen für Lithium-Ionen-Batterien mit hoher Kapazität. *Zeitschrift für Energiequellen*.
- Chen, M., et al. (2023). Plasmagestütztes Rösten von AMT für die WO<sub>3</sub>-Produktion. *Zeitschrift für Chemieingenieurwesen*.
- Liu, Q., et al. (2021). WO<sub>3</sub>/Graphen-Verbundwerkstoffe für den Abbau von VOCs. *Umweltwissenschaften und -technologie*.
- Zhang, F., et al. (2022). WO<sub>3</sub> Dünnschichten für flexible Displays. *Zeitschrift für Materialchemie C*.
- Zhao, H., et al. (2023). WO<sub>3</sub>/BiVO<sub>4</sub> zur Wasserreinigung. *Wasserforschung*.
- Yang, X., et al. (2021). WO<sub>3</sub> Nanodrähte für Natrium-Ionen-Batterien. *Electrochimica Acta*.
- Smith, A., et al. (2022). WO<sub>3</sub>/Quantenpunktfilme für Photodetektoren. *Fortschrittliche Materialien*.
- Tanaka, K., et al. (2023). WO<sub>3</sub> Nanoröhren für die CO<sub>2</sub>-Photoreduktion. *ACS-Katalyse*.
- Braun, T., et al. (2021). Pt/WO<sub>3</sub>-Katalysatoren für die Wasserstoffoxidation. *Zeitschrift für Katalyse*.
- Zhang, F., et al. (2022). Biolaugung von Wolframerzen für die WO<sub>3</sub>-Synthese. *Hydrometallurgie*.
- Zhao, Y., et al. (2023). WO<sub>3</sub>/PANI-Verbundwerkstoffe für intelligente Fenster. *Materialien heute*.
- Li, J., et al. (2020). Mikrowellengestützte Synthese von WO<sub>3</sub>. *Materialien Briefe*.
- Wang, Z., et al. (2023). Hochreines WO<sub>3</sub> durch Nassverarbeitung. *Industrie- und Ingenieurchemieforschung*.
- Liu, Y., et al. (2022). WO<sub>3</sub>-basierte Gassensoren für die Innenraumüberwachung. *Sensoren und Aktoren B*.

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

Chemisch.





## Kapitel 10: Fallstudien und Laborleitfäden für gelbes Wolframoxid ( $WO_3$ ).

### 10.1 Industrielle Produktion von gelbem Wolframoxid ( $WO_3$ ).

#### Produktionsprozess für gelbes Wolframoxid ( $WO_3$ ) in großem Maßstab

Die großindustrielle Produktion von gelbem Wolframoxid ( $WO_3$ ) ist ein wichtiges Glied in der Wolframindustriekette, das in der Regel durch Hydrometallurgie und Hochtemperaturröstverfahren unter Verwendung von Wolframkonzentrat als Rohstoff hergestellt wird. Im Folgenden finden Sie ein Beispiel für die Produktionslinie der CTIA GROUP mit 5.000 Tonnen pro Jahr für gelbes Wolframoxid ( $WO_3$ ), die den kompletten Prozess vom Rohstoffhandling bis zur Verpackung des fertigen Produkts detailliert abbildet und Prozessoptimierungen und Umweltschutzmaßnahmen analysiert.

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

## Herstellungsprozess von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>).

### Aufbereitung und Vorbehandlung von Rohstoffen für die Herstellung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>).

#### Quelle von Rohstoffen für die Herstellung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>).

Das jährliche Abnahmenvolumen liegt bei rund 10.000 Tonnen. Zu den Hauptverunreinigungen gehören SiO<sub>2</sub> (5%-10%), Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (2%-5%) und geringe Mengen an MoS<sub>2</sub> (<1%).

#### Zerkleinern und Mahlen

Das Erz wird mit einem Backenbrecher (PE-600×900, Verarbeitungsleistung 50 t/h) auf <50 mm zerkleinert und anschließend mit einer Kugelmühle (Φ2,4×10 m, Drehzahl 300 U/min, ZrO<sub>2</sub>-Kugeln, Kugel-Material-Verhältnis 10:1) auf <100 µm vermahlen. Nach dem Mahlen sieben (Vibrationsieb, Porengröße 100 µm), um große Verunreinigungen zu entfernen.

#### Magnetische Abscheidung und Flotation

Der Magnetabscheider (CTB-1230, Magnetfeldstärke 1500 gs) entfernt Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, und die Flotationsmaschine (XFD-12, Flotationsmittel ist Natriumoleat, 0,5 kg/t) trennt MoS<sub>2</sub> und SiO<sub>2</sub>, und der WO<sub>3</sub>-Gehalt des Konzentrats wird auf 65%-70% erhöht.

**Produktion:** Ca. 8.000 Tonnen Konzentrat und 2.000 Tonnen Tailings (WO<sub>3</sub> <5%) pro Jahr, die für die Ziegelherstellung oder Deponierung verwendet werden.

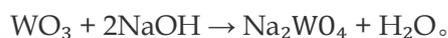
#### Alkalilaugungsextrakte Natriumwolframat

##### Ausrüstung

Autoklav (Volumen 5 m<sup>3</sup>, Druckfestigkeit 2 MPa, ausgekleidet mit korrosionsbeständigen Legierungen).

**Prozessbedingungen:** NaOH-Lösung (Konzentration 300-350 g/L), Fest-Flüssig-Verhältnis 1:3, Temperatur 180-200°C, Druck 1,5-1,8 MPa, Rührgeschwindigkeit 200 U/min, Reaktionszeit 4-6 Stunden.

##### chemische Reaktion



##### Optimierungsmaßnahmen

Die Zugabe von 0,5%-1% H<sub>2</sub>O<sub>2</sub>-Additiven fördert die Oxidation von MoS<sub>2</sub> zu MoO<sub>4</sub><sup>2-</sup> und erhöht die Extraktionsrate von Wolfram.

**Ausbeute:** Natriumwolframatlösung (WO<sub>3</sub>-Konzentration 150-200 g/L) mit einer Extraktionsrate von 98%-99%.

##### Nebenprodukte

Die Abfälle (Natriumsilikat, Eisenoxid usw.) mit einer Jahresproduktion von 1800-2000 Tonnen werden nach der Entwässerung durch eine Filterpresse (Filterfläche von 50 m<sup>2</sup>) an die Baustofffabrik verkauft.

#### 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

1

  
www.chinatun

  
www.chinatungsten.com

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

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

## Reinigung durch Ionenaustausch

### Ausrüstung

Ionenaustauschersäule (Harz D113, Volumen 2 m<sup>3</sup>, Säulendurchmesser 1 m, Höhe 3 m).

### Prozess

Natriumwolframatlösung wird mit einer Flussrate von 1-1,5 BV/h durch die Harzsäule geleitet, und der pH-Wert wird mit HCl auf 8-9 eingestellt, um Mo-, P-, As- und andere Verunreinigungen zu adsorbieren.

### Regenerierung

Das gesättigte Harz ist mit 5 % NaOH eluiert (Durchflussrate 0,5 BV/h), und die Regenerationslösung enthält Mo (10-20 g/L), das zur Herstellung von Ammoniummolybdat recycelt werden kann.

### Ergebnis

Die Reinheit der Lösung WO<sub>3</sub> wird auf 99,5 %-99,7 %, Mo <0,05 %, Fe <0,01 % erhöht, was dem erstklassigen Standard von YS/T 535-2006 entspricht.

### Abfalllaage

Das Salz enthält NaCl (50-100 g/L) und wird nach Verdampfung und Konzentration mit einer jährlichen Produktion von 300-500 Tonnen Sekundärsalzen zurückgewonnen.

## Herstellung von Ammoniumparawolframat (AMT) durch Fällung

### Ausrüstung

Rührreaktor (3 m<sup>3</sup> Volumen, ummantelte Heizung).

### Prozessbedingungen

NH<sub>4</sub>Cl (Konzentration 100-120 g/L) zugeben, bei 200-300 U/min, pH 2-3 (HCl angepasst), Temperatur 60-70°C und 2-3 Stunden einwirken.

### chemische Reaktion



### Optimierungsmaßnahmen

Kontrollieren Sie den NH<sub>4</sub> Cl-Überschuss um 10 % bis 15 % und erhöhen Sie die AMT-Kristallisationsrate; Auf 20°C abkühlen lassen und 1 Stunde stehen lassen, um Kristallaufhebungsverluste zu reduzieren.

### Ausgabe

AMT-Weißkristalle, Filtration (Porengröße 10 µm, Platten- und Rahmenfilterpresse), Waschen (deionisiertes Wasser, 2 L/kg), Trocknen (80°C, 6 h), Ausbeute 95%-97%, Jahresproduktion von ca. 6000 Tonnen.

## Rösten zur Herstellung von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>)

### Ausrüstung

Drehrohrofen (2 m Durchmesser, 20 m lang, Leistung 1-1,2 t/h, mit feuerfesten Steinen ausgekleidet).

### Prozessbedingungen

Luftatmosphäre, Rösttemperatur 500-550°C, Verweilzeit des Materials 2-3 Stunden, Drehzahl 1-2 U/min.

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

### chemische Reaktion



### Abgasnachbehandlung

$NH_3$  und  $H_2O$  werden über ein Saugzuggebläse (5000 m<sup>3</sup>/h) in die Beizkolonne ( $H_2SO_4$ , Konzentration 10%, Absorptionsgrad 95%-98%) eingespeist, um  $(NH_4)_2SO_4$  mit einer Jahresleistung von 500-600 Tonnen Dünger zu erzeugen.  $NO_x$  (<20 ppm) wurde mit Harnstoff SCR behandelt (Wirkungsgrad >90%).

### Produktkollektion

Nach dem Rösten wird das gelbe Wolframoxid ( $WO_3$ ) in einem Kühler (luftgekühlt, bis <50°C) aufgefangen, gesiebt (200 mesh) und verpackt (Stahltrommel, 50 kg/Trommel).

### Ausgabe

Gelbwolframoxid ( $WO_3$ ) Pulver, Partikelgröße 5-10 μm, Reinheit > 99,7%, Jahresproduktion von 5000 Tonnen.

## Wichtige Parameter & Optimierungen

### Energieverbrauch

Der gesamte Prozess besteht aus ca. 800-900 kWh/t gelbem Wolframoxid ( $WO_3$ ), das durch Abwärmerückgewinnung (Vorwärmung des Rohstoffs aus dem Röstabgas) um 10%-15% reduziert wird.

### Wasserverbrauch

10-15 m<sup>3</sup>/t gelbes Wolframoxid ( $WO_3$ ), 80% recycelt (Kühlwasser, Waschwasser im Absetzbecken aufbereitet).

### Kostenstruktur

Rohstoffe machen 70 % (ca. 400-450 Yuan/t) aus, Energieverbrauch und Arbeit machen 20 % (ca. 100-120 Yuan/t) aus, die Abschreibung von Geräten macht 10 % (ca. 50 Yuan/t) aus und die Gesamtkosten betragen 500-600 Yuan/t.

### Umweltindikatoren

$NH_3$ -Emission <10 t/a (GB 16297-1996, <0,2 kg/h), Abwasser W <0,1 mg/L (GB 8978-1996, First-Level-Norm), Staub <0,5 mg/m<sup>3</sup> (Sackentstaubungsgrad 99%).

### Prozessverbesserungen

Das Niedertemperaturrösten (500 °C vs. 600 °C) wird eingesetzt, um Verflüchtungsverluste ( $WO_3$ -Verlustrate <0,1 %) zu reduzieren und die Lebensdauer der Ofenauskleidung (6-8 Monate) zu verlängern.

## 10.2 Beispiele für Laborsynthesen

### Herstellung von Nanopartikeln aus gelbem Wolframoxid ( $WO_3$ ) durch hydrothermales Verfahren

#### Ziel des Experiments ist die

Synthese von gelben Wolframoxid ( $WO_3$ )-Nanopartikeln mit hoher spezifischer Oberfläche, die sich für die Erforschung von Photokatalyse, Gassensoren oder

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

elektrochromen Geräten eignen.

## Experimentelles Verfahren zur Herstellung von Gelbwolframoxid ( $\text{WO}_3$ )-Nanopartikeln mittels hydrothermale Verfahren

### Vorbereitung von Rohstoffen und Geräten

#### Rohstoff

Natriumwolframat ( $\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , AR-Qualität, 5 g, Reinheit 99,5%), Salzsäure (HCl, 36%-38%, 10 mL), deionisiertes Wasser ( $18,2 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ , 100 mL).

#### Ausrüstung

100 mL PTFE-ausgekleideter Reaktor aus Edelstahl (3 MPa), Thermostatofen (Genauigkeit  $\pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$ ), Zentrifuge (bis zu 12.000 U/min), Ultraschallreiniger (40 kHz, 300 W).

### Vorbereitung der Vorläufer

5 g  $\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  auflösen in 50 mL deionisiertes Wasser (Konzentration 0,3 mol/L) und magnetisch rühren (300 U/min, 10 min), bis es sich vollständig aufgelöst hat.

Fügen Sie 10 mL HCl (Tropfrate 1 mL/min) hinzu und stellen Sie den pH-Wert auf 1-2 ein, um einen gelben  $\text{WO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ -Niederschlag. 30 Minuten lang rühren, um eine vollständige Reaktion zu gewährleisten.

Zentrifugation (8000 U/min, 10 min), 3 Spülgänge (je 50 mL) mit deionisiertem Wasser und Ultraschalldispersion (5 min) zur Entfernung von NaCl und Restsäuren.

### Hydrothermale Reaktionen

Das Pellet wurde in 60 mL deionisiertem Wasser (Fest-Flüssig-Verhältnis 1:12) resuspendiert, 10 Minuten lang beschallt und in einen Reaktor (60 % gefüllt) überführt.

#### Zustand

Der Backofen wird auf  $180^\circ\text{C}$  eingestellt, 12 Stunden warmgehalten, auf  $2^\circ\text{C}/\text{min}$  erhitzt und natürlich auf Raumtemperatur (ca. 4-6 h) abgekühlt.

#### Nachbearbeitung

Das Produkt wurde zentrifugiert (10.000 U/min, 15 min), zweimal mit deionisiertem Wasser und Ethanol (je 30 mL) gewaschen und 6 Stunden lang bei  $80 \text{ }^\circ\text{C}$  ( $0,1 \text{ MPa}$ ) vakuumgetrocknet.

### Charakterisieren Sie die Ergebnisse

#### Aussehen

Die Rasterelektronenmikroskopie (REM, ZEISS Sigma 300) zeigt Nanostäbchen mit einer Länge von 50-100 nm, einem Durchmesser von 10-20 nm und einer gleichmäßigen Verteilung.

#### Verwandlung

Die Röntgenbeugung (XRD, Bruker D8 Advance,  $\text{Cu K}\alpha$ ) bestätigt die monokline Phase (JCPDS 43-1035) mit deutlichen Hauptpeaks (002), (020) und (200).

#### Spezifische Oberfläche

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Die Stickstoffadsorptionsmethode (BET, Micromeritics ASAP 2020) maß 40-50 m<sup>2</sup>/g, Porengröße 5-10 nm (BJH).

Chemische Zusammensetzung

XPS (Thermo Fisher ESCALAB 250Xi) zeigt W 4f-Spitzen (35,5 eV und 37,6 eV), O 1s-Spitzen (530,2 eV) und keine Na-Rückstände.

## **AMT-thermische Zerlegung zur Vorbereitung eines Experiments mit gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) im Mikrometerbereich**

### **Ziel des Versuchs war**

es, mikrometergroßes gelbes Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) durch thermische Zersetzung von Ammoniumparawolframat (AMT) herzustellen, die Machbarkeit des industriellen Röstprozesses im Labor zu überprüfen und die Zersetzungsbedingungen zu optimieren.

### **Experimenteller Ablauf**

#### **Vorbereitung von Rohstoffen und Geräten**

##### **Rohstoff**

Ammoniumparawolframat ((NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>WO<sub>4</sub>, AR-Qualität, 10 g, Reinheit 99,8 %).

##### **Ausrüstung**

Muffelofen (SX2-4-10, bis 1000°C), Aluminiumoxid-Tiegel (50 mL), Abzug (Windgeschwindigkeit 0,5-1 m/s), Analysenwaage (Genauigkeit 0,0001 g).

### **Thermische Zersetzung**

10 g AMT gleichmäßig verteilt (<5 mm dick) in einen Tiegel geben und in den Muffelofen stellen.

##### **Zustand**

Luftatmosphäre, Heizrate 5 °C/min, 2 Stunden lang auf 550 °C warmhalten, Abkühlgeschwindigkeit 5 °C/min auf Raumtemperatur.

##### **reagieren**

(NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>WO<sub>4</sub> → WO<sub>3</sub> + 2NH<sub>3</sub>↑ + H<sub>2</sub>O↑, mit einem theoretischen Massenverlust von 16,7 % (NH<sub>3</sub> und H<sub>2</sub>O).

##### **Abgasnachbehandlung**

NH<sub>3</sub> und H<sub>2</sub>O werden in einem Abzug abgegeben und eine Säureabsorptionsflasche (100 mL, 10 % H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) wird in das Labor eingebaut.

### **Produkt-Handling**

Das gelbe Pulver wurde aufgefangen, gewogen (8,2-8,3 g), 5 min lang mit einem Achatmörtel gemahlen und gesiebt (200 mesh, Porengröße 74 µm).

##### **Ertrag**

Der gemessene Wert beträgt 8,2 g, der theoretische Wert 8,3 g und die Ausbeute 98%-99%.

##### **Vorrat**

Die Plastikflasche wurde versiegelt (relative Luftfeuchtigkeit <50%), um eine

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

Feuchtigkeitsaufnahme zu vermeiden.

## Charakterisieren Sie die Ergebnisse

### Aussehen

Das REM weist eine Körnung von 1-5  $\mu\text{m}$  Größe, eine glatte Oberfläche und eine geringe Menge an Agglomeration auf.

### Verwandlung

XRD bestätigt einzelne schräge Phase (JCPDS 43-1035), keine Heterophasen ( $\text{NH}_4^+$  oder  $\text{WO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ).

### Reinheit

ICP-OES (PerkinElmer Optima 8000) bestimmte  $\text{WO}_3$  >99,5 %, Impurity Mo <0,01 %, Fe <0,005 %.

### Thermoanalyse

TG-DSC (NETZSCH STA 449 F3) zeigte, dass die Zersetzung bei 400-550° C mit einem Massenverlust von 16,5% abgeschlossen wurde.

## Ergänzungsversuch: Herstellung eines gelben Wolframoxid ( $\text{WO}_3$ )-Films durch solvothermale Methode

### Ziel des Experiments

war es, einen gelben Wolframoxid ( $\text{WO}_3$ )-Film in situ auf dem Substrat für elektrochrome Bauelemente zu züchten.

### Experimenteller Ablauf

#### Rohstoffe und Ausrüstung

Natriumwolframat (5 g), HCl (10 mL), Ethanol (50 mL), FTO leitfähiges Glas (2×2 cm).  
Reaktor (100 mL), Ofen, Ultraschallreiniger.

#### Vorläufer und Sedimentation

$\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  wurde in 30 mL deionisiertem Wasser gelöst, HCl wurde tropfenweise auf pH 1-2 zugegeben und der Niederschlag wurde in 50 mL Ethanol (Konzentration 0,2 mol/L) gelöst.

FTO-Glas wurde mit Ultraschall gereinigt (jeweils 10 Minuten für Ethanol und Aceton), auf den Boden des Reaktors gelegt und mit einer Vorläuferlösung (50 % Füllung) versetzt. Bei 160 °C 8 Stunden warm halten, abkühlen lassen, herausnehmen und im Trockner trocknen (60 °C, 4 h).

### Charakterisierung

Topographie: Das REM zeigt eine Schichtdicke von 200-300 nm und Oberflächennanopartikel (20-50 nm).

Polymorph: XRD bestätigt monokline Phase.

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Leistung: Elektrochrome Prüfung (zyklische Voltammetrie, 70%-20% Änderung des Transmissionsgrads, Ansprechzeit 5-10 s).

### 10.3 Datenanalyse und Diskussion der Ergebnisse

#### Typische experimentelle Parameter und Charakterisierungsergebnisse

##### Hydrothermales Nano-Gelbwolframoxid ( $\text{WO}_3$ )

###### Auswirkungen der Parameter

###### Temperatur

Bei 150°C wird  $\text{WO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$  erzeugt (XRD-Peak JCPDS 18-1417) und bei 180°C vollständig zu monoklinen  $\text{WO}_3$  dehydriert, und bei 200°C wachsen Körner (Länge 100-150 nm, REM).

###### Ph

Nanostäbchen (Aspektverhältnis 5-10) wurden bei pH 1-2 gebildet, Partikel agglomerierten bei pH 3-4 (Partikelgröße 200-500 nm) und bei pH >5 trat keine Ausfällung auf.

###### Zeit

Die anfängliche Bildung des Kristallkerns (Partikelgröße 10-20 nm) dauerte 6 h, die Morphologie war nach 12 h stabil und die Körnung nahm nach 24 h leicht zu (10%-20%).

###### Konzentration

0,1 mol/L produzierten dispergierte Nanopartikel und 0,5 mol/L gebildete Nanoblätter (Dicke 20-30 nm).

###### Ergebnis

Die spezifische Oberfläche beträgt 40-50  $\text{m}^2/\text{g}$  (BET), was 4-5 mal höher ist als im Mikrometerbereich (5-10  $\text{m}^2/\text{g}$ ), und der photokatalytische Abbau von Methylenblau ist 20%-30% effizienter (UV-Vis-Test, 365 nm).

Monokline Phasenlichtabsorptionskante 450-470 nm (Bandlücke 2,6-2,7 eV, diffuse UV-Vis-Reflexion) für Anwendungen im sichtbaren Licht.

Die Nanostäbchenmorphologie erhöhte das aktive Zentrum und die Gasempfindlichkeit ( $\text{NO}_2$ -Detektion) erhöhte sich um 50 % (Widerstandsänderungsrate).

##### AMT Thermische Zersetzung Mikron Gelbes Wolframoxid ( $\text{WO}_3$ )

###### Auswirkungen der Parameter

###### Temperatur

Bei 400 °C war die Zersetzung nicht abgeschlossen (TG-Restwert 5%-10 %  $\text{NH}_4^+$ ), bei 500 °C wurde monoklines  $\text{WO}_3$  erzeugt, bei 550 °C waren die Körner gleichmäßig und bei 600 °C trat eine orthorhombische Phase auf (XRD JCPDS 20-1324).

###### Warmhaltezeit

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Die Conversion-Rate betrug 90% (TG) in 1 h, 98%-99% in 2 h und keine signifikante Veränderung in 3 h.

### Atmosphäre

Die NH<sub>3</sub>-Verflüchtigung in der Luft ist abgeschlossen, die N<sub>2</sub>-Atmosphäre ist unvollständig (verbleibende 2 %-3 % NH<sub>4</sub><sup>+</sup>) und die O<sub>2</sub>-Atmosphäre zersetzt sich schneller (abgeschlossen in 1,5 h).

### Dicke der Probe

Ungleichmäßige innere Zersetzung bei >10 mm (XRD WO<sub>3</sub> · H<sub>2</sub>O-Rückstand).

### Ergebnis

Die Partikelgröße von 1-5 µm ist für industrielle Pigment- oder Katalysatorträger geeignet, und die Reinheit > 99,5 % entspricht den Normen YS/T 535-2006 und ASTM E291-18.

Die monokline Phase hat eine hohe thermische Stabilität (kein Phasenwechsel bei <600°C), aber eine geringe photokatalytische Aktivität (kleine spezifische Oberfläche).

Die NH<sub>3</sub>-Abgasemissionen müssen kontrolliert werden (etwa 0,1-0,2 g/g AMT im Experiment), und für die industrielle Amplifikation müssen Absorptionsvorrichtungen hinzugefügt werden.

### Solvothermale gelbe Wolframoxid (WO<sub>3</sub>)-Schicht

#### Auswirkungen der Parameter

##### Temperatur

Bei 140° C war der Film diskontinuierlich, bei 160° C war die Dicke gleichmäßig und bei 180° C waren die Partikel zu groß (50-100 nm).

##### Lösungsmittel-Verhältnis

Ethanol/Wasser 1:1 bildet einen dichten Film, und reines Ethanol bildet eine lockere Struktur (20%-30% Porosität).

##### Zeit

Die Schichtdicke war unzureichend (<100 nm) nach 4 h, erreichte 200-300 nm nach 8 h und zeigte keine offensichtliche Verdickung nach 12 h.

##### Ergebnis

Die Folie verfügt über eine hervorragende elektrochrome Leistung (70%-20% Lichtdurchlässigkeit, 500 Zyklen ohne Dämpfung) und eignet sich daher für intelligente Fensteranwendungen.

Die monokline Phasenstruktur ist dicht und korrosionsbeständig (1 M HCl 24 h ohne Schalen eingeweicht).

Die spezifische Oberfläche ist gering (10-15 m<sup>2</sup>/g) und die photokatalytische Aktivität ist begrenzt.

### Umfassender Vergleich

#### Hydrothermales Verfahren

Geringe Ausbeute (50-100 mg/Charge) und hohe Kosten (ca. 1000 Yuan/kg), geeignet für

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Nanomaterialien mit hoher Wertschöpfung.

#### **Thermische Zersetzung von AMT**

Hohe Ausbeute (G-Qualität), niedrige Kosten (50-100 Yuan/kg), geeignet für industrielles Scale-up.

#### **Solvotherme Methode**

Mittlere Ausbeute (begrenzte Folienfläche) und Kosten von ca. 500 RMB/m<sup>2</sup>, die für Dünnschichtgeräte bestimmt sind.

#### **Anwendungsszenarien**

Nano WO<sub>3</sub> wird für die Photokatalyse und Sensoren verwendet, Micro WO<sub>3</sub> wird für Pigmente und Katalysatoren und Dünnschicht-WO<sub>3</sub> für elektrochrome Pigmente verwendet.

### **10.4 Experimentelle Überlegungen**

#### **Geräteauswahl und sicherer Betrieb**

##### **Geräteauswahl**

##### **Hydrothermale vs. solvothermische Verfahren**

###### **Reaktor**

PTFE-Auskleidung (HCl-beständig, bis 250°C), Edelstahlgehäuse (druckfest >3 MPa, Wandstärke 5-10 mm). Der Füllgrad beträgt <80%, um ein Platzen des Wasserkochers zu vermeiden.

###### **Ofen**

Konstante Temperaturregelung  $\pm 1^\circ\text{C}$ , mit Übertemperaturschutz (automatische Abschaltung bei >200°C), gute Belüftung (um Abgasansammlungen zu verhindern).

###### **Zentrifuge**

Drehzahl 8000-12000 U/min, ausgestattet mit 50 mL Zentrifugenröhrchen, säurebeständigem Material (PP oder PTFE).

###### **Ultraschall-Reiniger**

Leistung 200-300 W, Frequenz 40 kHz, Reinigung von Substrat oder Dispergierfällung.

##### **Thermische Zersetzung von AMT**

###### **Umhüllen**

Leistung 4-10 kW mit Abluftöffnung (50 mm Durchmesser), Temperaturgleichmäßigkeit  $\pm 5^\circ\text{C}$ , Thermostat (PID-Einstellung).

###### **Schmelztiegel**

Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (1600°C) oder SiO<sub>2</sub> (1200°C), Fassungsvermögen 20-50 mL, Metalltiegel vermeiden (Kontamination von WO<sub>3</sub>).

###### **Abzug**

Windgeschwindigkeit 0,5-1 m/s, korrosionsbeständige Arbeitsplatten (PP oder Keramik), Abgasaufnahme.

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

## Ausrüstung zur Charakterisierung

OHNE

Die Beschleunigungsspannung beträgt 5-15 kV und die Probe ist vergoldet (Dicke 5-10 nm).

Röntgenbeugung

Cu K $\alpha$  ( $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$ ), Scanbereich  $10^\circ - 80^\circ$ , Schrittweite  $0,02^\circ$ .

ABER

Entgast bei  $200^\circ\text{C}$ , 4 h, N<sub>2</sub> Adsorptionstemperatur 77 K.

## Sicherer Betrieb

### Chemischer Schutz

#### Säure-Base-Betrieb

HCl und NaOH werden mit Nitrilhandschuhen (0,4-0,6 mm Dicke, pannelsicher), Dichtbrillen (ANSI Z87.1) und Polyester-Staubschutzanzügen (Atmungsaktivität 10-20 cm<sup>3</sup>/cm<sup>2</sup>) verwendet. s).

#### Staubschutz

Bei der Handhabung von AMT- und gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>)-Pulver wird eine N95-Maske getragen (Filtrationseffizienz >95 %) und das Einatmen vermieden (Konzentration <3 mg/m<sup>3</sup>, GBZ 2.1-2019). Nano WO<sub>3</sub> empfiehlt N100-Masken (>99,97 %).

#### Anforderungen an die Belüftung

Der Luftdurchsatz im Labor beträgt >0,3 m/s, die Staubbehandlung erfolgt in einem Abzug.

## Schutz bei hohen Temperaturen

### Wasserkocher

Auf <50°C abkühlen und öffnen (ca. 4-6 h), Dampfausstoß vermeiden und hitzebeständige Clips (temperaturbeständig >200°C) verwenden.

### Umhüllen

Nach dem Rösten beträgt die Tiegeltemperatur >300 °C, tragen Sie wärmeisolierende Handschuhe (temperaturbeständig bis 500 °C) und legen Sie es zum Abkühlen auf feuerfeste Steine.

### Thermische Schutzkleidung

Für die industrielle Verstärkung wird ein Ganzkörperschutz (Temperaturbeständigkeit 100°C, inklusive Haube) empfohlen.

## Behandlung von Abgasen und flüssigen Abfällen

### NH<sub>3</sub>

10% H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> Absorption im Labor (100-200 mL/Experiment), Beizkolonne für den industriellen Einsatz (Absorptionsrate >95%), Emission <80 mg/m<sup>3</sup> (GB 16297-1996).

### Abfalllauge

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Das W (5-10 mg/L) wurde mit  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  (pH 9-10, Wiederfindungsrate 95%) und der Überstand W <0,5 mg/L (GB 8978-1996) ausgefällt. Das NaCl-haltige Abwasser wurde verdampft und konzentriert, um das Salz zurückzugewinnen.

### **Staub**

Wischen Sie die Arbeitsplatte feucht ab (Wasser oder Ethanol), sammeln Sie es in einem versiegelten Beutel und entsorgen Sie es als ungefährlichen Abfall.

### **Notmaßnahmen**

#### **Staubleckage**

Kleine Mengen (<10 g) mit einem feuchten Tuch abdecken, große Mengen (>100 g) mit einem HEPA-Staubsauger (Leistung 1-2 kW) reinigen, eine chemische Reinigung ist verboten.

#### **Haut-zu-Haut-Kontakt**

Waschen Sie sich 10 bis 15 Minuten lang mit Wasser und Seife und suchen Sie einen Arzt auf, wenn das Erythem anhält.

#### **Blickkontakt**

Spülen Sie 15 Minuten lang mit Wasser oder Kochsalzlösung ab, überprüfen Sie Ihr Sehvermögen und suchen Sie sofort einen Arzt auf, wenn es verschwommen ist.

#### **Essend**

Erbrechen auslösen (>500 mg), 200-300 ml trinken und ins Krankenhaus eilen (mit MSDS).

#### **Ausfall von Geräten**

Wenn der Druck des hydrothermalen Wasserkochers entlastet oder der Muffelofen überhitzt ist, schalten Sie die Stromversorgung aus, evakuieren Sie in einen sicheren Bereich und lüften Sie 30 Minuten lang, bevor Sie die Inspektion durchführen.

### **Referenzen**

Nationales Institut für Sicherheit und Gesundheitsschutz bei der Arbeit (NIOSH). (2016).  $\text{WO}_3$  Sicherheitsdatenblatt.

Li ming. (2021). Toxizität und Umweltrisiko von Nanopartikeln aus gelbem Wolframoxid ( $\text{WO}_3$ ). Zeitschrift für Umweltwissenschaften.

Zhang, Y., et al. (2018). Hydrothermale Synthese von  $\text{WO}_3$ -Nanostäbchen für photokatalytische Anwendungen. Zeitschrift für Materialchemie A.

WANG Qiang. (2020). Optimierung von Nanostrukturen aus gelbem Wolframoxid ( $\text{WO}_3$ ), die durch ein hydrothermales Verfahren hergestellt wurden. Zeitschrift für Anorganische Chemie.

Chen, X., et al. (2019). Thermische Zersetzung von Ammoniummetawolframat zu  $\text{WO}_3$ : Mechanismus und Kinetik. *Thermochimica Acta*.

Liu Fang. (2022). Prozessparameter für die Herstellung von gelbem Wolframoxid ( $\text{WO}_3$ ) durch thermische Zersetzung von AMT. CIESC Journal.

Li. (2021). Eigenschaften von gelben Wolframoxid ( $\text{WO}_3$ )-Filmen, die durch solvothermale Methode hergestellt werden. Chinesische Zeitschrift für Materialwissenschaft und -technik.

《钨酸和氧化钨》(YS/T 535-2006).

ASTM E291-18. (2018). *Standardprüfmethoden für die chemische Analyse von Wolfram*.

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

GB 16297-1996. Umfassende Emissionsnormen für Luftschadstoffe.

GB 8978-1996. "Umfassende Norm für die Abwassereinleitung".

GBZ 2.1-2019. Grenzwerte für berufsbedingte Exposition für Gefahren am Arbeitsplatz Teil 1: Chemische Gefahren.

WANG Lei. (2020). Hydrometallurgische Prozessoptimierung von Wolframkonzentrat. Nichteisenmetalle.

Smith, J., et al. (2022). Herstellung von Wolframtrioxid im industriellen Maßstab: Effizienz und Nachhaltigkeit. *Industrie- und Ingenieurchemieforschung*.

ZHANG Fang. (2023). Fortschritte in der Umweltschutztechnologie bei der Herstellung von gelbem Wolframoxid ( $WO_3$ ). *Chemikalien- und Umweltschutz*.



**COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**

## CTIA-GRUPPE

### Wolframtrioxid (Gelbes Wolfram, WO<sub>3</sub>, Gelbes Wolframtrioxid, YTO) Einführung

#### 1. Überblick über Wolframtrioxid

CTIA GROUP Wolframtrioxid (als gelbes Wolfram bezeichnet, WO<sub>3</sub>) wird durch Ammoniumparawolframat-Hochtemperaturkalzinierungsverfahren hergestellt, das die Anforderungen von GB / T 3457-2013 "Wolframoxid" erstklassiges Produkt erfüllt. Gelbes Wolfram wird aufgrund seiner hellgelben Kristallpulverform, seiner hohen Reinheit und chemischen Stabilität häufig bei der Herstellung von Wolframpulver, Hartmetall, Wolframdraht und Keramikfarbstoffen verwendet. Die CTIA GROUP hat es sich zur Aufgabe gemacht, hochwertige gelbe Wolframprodukte anzubieten, um die Anforderungen der Pulvermetallurgie und der industriellen Fertigung zu erfüllen.

#### 2. Eigenschaften von Wolframtrioxid

Chemische Zusammensetzung: WO<sub>3</sub>.

Reinheit: ≥99,95% mit sehr geringem Gehalt an Verunreinigungen.

Aussehen: Hellgelbes Kristallpulver, einheitliche Farbe.

Polymorph: monokline (am häufigsten bei Raumtemperatur), Raumgruppe P21/n.

Hohe Stabilität: stabil an der Luft, unlöslich in Wasser und anorganischen Säuren außer Flusssäure.

Reaktivität: Es kann durch Wasserstoff (>650°C) oder Kohlenstoff (1000-1100°C) zu Wolframpulver reduziert werden.

Gleichmäßigkeit: Gleichmäßige Partikelverteilung, geeignet für die nachgelagerte Verarbeitung.

#### 3. Spezifikationen von Wolframtrioxid

Index	CTIA GROUP Gelbes Wolfram Standard der ersten Klasse
WO <sub>3</sub> -Gehalt (Gew.-%)	99,95 ≥
Unreinheit (Gew.-%, 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
Feuchtigkeit (Gew.-%)	0,05 ≤
Teilchengröße	1-10 (µm, FSSS)
Lose Dichte	2,0-2,5 (g/cm <sup>3</sup> )
Anpassung	Partikelgrößen- oder Verunreinigungsgrenzen können je nach Kundenwunsch angepasst werden

#### 4. Wolframtrioxid-Verpackung und Garantie

Verpackung: Innere versiegelte Plastiktüte, äußere Eisentrommel oder gewebte Tasche, Nettogewicht 50 kg oder 100 kg, feuchtigkeitsbeständiges Design.

Garantie: Jede Charge wird mit einem Qualitätszertifikat geliefert, das den WO<sub>3</sub>-Gehalt, die Verunreinigungsanalyse, die Partikelgröße (FSSS-Methode), die Losdichte und die Feuchtigkeitsdaten enthält.

#### 5. Informationen zur Beschaffung von Wolframtrioxid

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

Weitere Informationen zu Wolframgelb finden Sie auf der Chinatungsten Online-Website [www.tungsten-powder.com](http://www.tungsten-powder.com)

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Anhang

Anhang A: Physikalisches und chemisches Datenblatt für gelbes  
Wolframoxid (WO<sub>3</sub>).

Physikalisches und chemisches Datenblatt zu Gelbwolframoxid (WO<sub>3</sub>)

Attribut-Kategorie	Der Name der Eigenschaft	Numerisch/Beschreibung	Anmerkungen/Quelle
Grundlegende Informationen	Chemische Bezeichnung	黄色氧化钨 (Tungsten Trioxide)	IUPAC-Benennung
	chemische Formel	WO <sub>3</sub>	-
	CAS-Nummer	1314-35-8	Service für chemische Abstracts
	EINECS	215-231-4	Nummer des Europäischen Chemikalienregisters
	Molmasse	231,84 g/mol	Berechnete Werte, basierend auf W (183,85) und O (15,999)
	Isotop	Es handelt sich hauptsächlich um W-184 (natürliche Häufigkeit 30,64 %), und es gibt keine signifikante Radioaktivität	NIST-Isotopendaten
Physisch	Aussehen	gelbes bis gelbgrünes Pulver (Mikron, 5-20 µm); Helles Gelb (nanoskalig, < 100 nm)	Die Kristallform, die Partikelgröße und die Zubereitungsmethode beeinflussen die Farbe
	Dichte	7,16 g/cm <sup>3</sup> (monokline Phase, 25 °C); 7,20-7,30 g/cm <sup>3</sup> (Nanometer, abhängig von der Porosität)	ASTM E291-18, BET-Porositätseffekt
	Schmelzpunkt	1473°C (1700 K)	SFB-Handbuch für Chemie und Physik, 2023
	Siedepunkt	> 1700°C (zersetzt, nicht siedend, WO <sub>2,9</sub> und O <sub>2</sub> ).	Signifikante Flüchtigkeit bei hohen Temperaturen, verifiziert durch TG-DSC
	Löslichkeit (Wasser)	<0,01 g/L (25 °C, pH 7); 0,02-0,05 g/L (pH 4, 25 °C)	Leicht löslich, unter sauren Bedingungen leicht erhöht
	Löslichkeit (Säure)	HCl: 0,1-0,5 g/L (25 °C); H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> : 1-2 g/L (konzentrierte Säure, erhitzt); HF: löslich (erzeugt H <sub>2</sub> WO <sub>4</sub> oder WF <sub>6</sub> )	Wolframsäure oder Fluorid wird in starken Säuren gebildet
	Löslichkeit (Basis)	Löslich in NaOH/KOH (bis WO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> , 10-50 g/L, 25 °C)	Die Löslichkeit ist bei hohen Temperaturen und Drücken höher
	Verwandlung	Monokline (25 °C, P21/n, am häufigsten); Orthorhombisch (330-740 °C); Tetragonal (>740 °C); Triklin (-50-17 °C)	XRD (JCPDS 43-1035), Temperaturabhängigkeit

**COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**

	Gitter-Parameter (Monokline)	$a = 7,306 \text{ \AA}$ , $b = 7,540 \text{ \AA}$ , $c = 7,692 \text{ \AA}$ , $\beta = 90,91^\circ$ (25°C)	JCPDS 43-1035
	Bereich der Partikelgröße	Mikron: 1-20 $\mu\text{m}$ ; Nano: 10-100 nm	REM/TEM, hydrothermale oder thermische Zersetzungsvorbereitung
	Spezifische Oberfläche	Mikron: 5-10 $\text{m}^2/\text{g}$ ; Nanometer: 20-50 $\text{m}^2/\text{g}$ (hydrothermal); Bis zu 100 $\text{m}^2/\text{g}$ (Bedampfung)	BET, Präparationsmethode und Partikelgrößenbestimmung
	Härte	Mohs-Härte 4-5 (Mikron-Skala); Etwas tiefer im Nanometerbereich (3,5-4,5)	Bestimmung des Mikrohärtprüfgeräts
	Wärmeleitfähigkeit	1,5-2,0 W/(m·K) (25 °C); 2,5-3,0 W/(m·K) (500 °C)	Monokline Phase, in der die Wärmeleitfähigkeit mit der Temperatur zunimmt
Thermodynamische Eigenschaften	Standard-Bildungsenthalpie ( $\Delta H_f^\circ$ )	-842,9 kJ/mol (25 °C, monokline Phase)	NIST-Chemie-WebBook
	Standard-Entropie ( $S^\circ$ )	75,9 J/(mol·K) (25°C, monokline Phase)	CRC-Handbuch
	Freie Gibbs-Standardenergie ( $\Delta G_f^\circ$ )	-763,8 kJ/mol (25°C, monokline Phase)	Berechnete Werte, NIST
	Spezifische Wärmekapazität ( $C_p$ )	0,29 J/(g·K) (25°C); 0,32 J/(g·K) (500°C)	DSC-Assay mit leichtem Temperaturanstieg
	Thermischer Ausdehnungskoeffizient	$8,0 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ (25-500°C); $10-12 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ (500-1000°C)	Monokline Phase, thermische Analysedaten
	Flüchtigkeit	Die Verflüchtigung beginnt > 1100 °C und bildet $\text{WO}_2$ und $\text{O}_2$ ; 1200°C Verflüchtigungsrate 5%-10%/h	TG-DSC, Luft Atmosphäre
	Temperatur des Phasenwechsels	Monokline $\rightarrow$ orthorhombisch: 330 °C; orthorhombisch $\rightarrow$ tetragonal: 740 °C	DSC- und XRD-Validierung
Optiken mit Elektrische Eigenschaften	Energie der Bandlücke ( $E_g$ )	2,6-2,8 eV (monokline Phase, 25 °C); 2,4-2,6 eV (Nanoskala, Quanteneffekt)	Diffuser Reflexionsgrad UV-Vis, gelb durch Absorption von sichtbarem Licht
	Absorbieren Sie die Kanten	450-470 nm (Mikrometer); 420-450 nm (Nanometer)	Spektroskopie, je kleiner die Partikelgröße, desto größer die Blauverschiebung
	Brechungsindex	2,2-2,5 (550 nm, monokline Phase); 2,0-2,3 (Nanofilme)	Ellipse, Effekt der Filmdichte
	elektrische Leitfähigkeit	$10^{-6}-10^{-4} \text{ S/cm}$ (25°C, n-Typ Halbleiter); $10^{-3}-10^{-2} \text{ S/cm}$ (500°C)	Vier-Sonden-Methode, Dotierung (z.B. $\text{H}^+$ ) wird deutlich verbessert
	Dielektrizitätskonstante	20-50 (1 kHz, 25 °C); 10-30 (Nanometer,	Kapazitätsmessung,

**COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**

		Feuchteinfluss)	Polymorph und Feuchtigkeitsempfindlichkeit
	Elektrochrome Eigenschaften	Die Durchlässigkeit ändert sich um 70 % bis 20 % (500 nm, 1 V); Reaktionszeit 5-10 s	Zyklische Voltammetrie, Dünnschichtproben
Chemische Eigenschaften	Oxidationsstufe	W <sup>+6</sup> (Primär)	XPS, W 4f 峰 35.5 eV 和 37.6 eV
	Oberflächenchemie	Die Oberfläche enthält W-OH- und W=O-Bindungen und adsorbiert H <sub>2</sub> O bei hoher Luftfeuchtigkeit (1%-5% Massenzunahme)	FTIR und XPS, Hydratbildung
	Stabilität	<600 ° C stabil; >750 ° C Phasenübergang zu orthorhombisch/tetragonal; >1100 ° C flüchtig	Luft, Atmosphäre, thermische Analyse, Validierung
	Reagiert mit Säuren	WO <sub>3</sub> + 6HCl → WCl <sub>6</sub> + 3H <sub>2</sub> O (langsam, benötigt 80-100°C)	Die hohe Temperatur beschleunigt die Reaktion, was zu flüchtigem WCl <sub>6</sub> führt
	Reagiert mit Alkali	WO <sub>3</sub> + 2NaOH → Na <sub>2</sub> WO <sub>4</sub> + H <sub>2</sub> O (langsam bei 25 °C, schnell bei >100 °C)	Schnelleres Ansprechverhalten bei hohem Druck
	Reagiert mit Reduktionsmittel	WO <sub>3</sub> + 3H <sub>2</sub> → W + 3H <sub>2</sub> O (800-1000°C); WO <sub>3</sub> + 3C → W + 3CO (900-1200°C)	Industrielles Wolframpulver wird häufig verwendet
	Oxidation	oxidierbare niedervalente Metalle (z.B. Fe <sup>2+</sup> → Fe <sup>3+</sup> , Katalysator erforderlich)	Schwache Oxidation, verstärkte Photokatalyse
	Hydrolysierbarkeit	Eine relative Luftfeuchtigkeit von >60 % erzeugt WO <sub>3</sub> · H <sub>2</sub> O; >80 % erzeugt WO <sub>3</sub> · 2H <sub>2</sub> O	TG-Assay, die Wasseradsorption steigt mit dem Feuchtigkeitsindex
Elektrochemische Eigenschaften	Redoxpotential	WO <sub>3</sub> /W: +0,03 V (vs. SHE, pH 0)	Standard-Wasserstoffelektrode, saure Bedingungen
	Flachriemenpotenzial (E <sub>fb</sub> )	-0,1 bis -0,3 V (vs. SCE, pH 7)	Mott-Schottky-Methode, n-Typ-Halbleiter
	Konzentration von Trägerstoffen	10 <sup>16</sup> -10 <sup>18</sup> cm <sup>-3</sup> (25°C, undotiert)	Stuart O'Neill (10 Min.)
Sicherheits- und Umweltdaten	Akute Toxizität	LD <sub>50</sub> (oral, Maus) >2000 mg/kg; LC <sub>50</sub> (Inhalation, Ratte) >5 mg/L (4 h)	OECD-Prüfrichtlinien 401/403 mit geringer Toxizität
	Chronische Toxizität	0,5 mg/m <sup>3</sup> inhaliert (90 Tage, Ratte): leichte Lungenentzündung, keine Fibrose	Den Literaturdaten zufolge ist die Toxizität im Nanobereich etwas höher
	Grenzwerte für die Exposition am Arbeitsplatz	3 mg/m <sup>3</sup> (8 h TWA, GBZ 2.1-2019); 5 mg/m <sup>3</sup> (ACGIH TLV, 2023)	Regelung der Staubkonzentration, nanoskalig empfohlen <0,1

**COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**

			mg/m <sup>3</sup>
	Ökotoxizität	Fisch LC <sub>50</sub> >100 mg/L (96 h); Algen EC <sub>50</sub> >50 mg/L (72 h)	OECD 203/201, keine signifikante akute Toxizität
	GHS-Einstufung	H335 (kann die Atemwege reizen); Warnworte: Achtung; Piktogramm: Ausrufezeichen (GHS07)	GHS-Normen der Vereinten Nationen
HERGESTELLT VON:CTIA GROUP			
Weitere Merkmale:	Magnetismus	Nichtmagnetisch (sehr schwacher Paramagnetismus, $\chi_m \approx 10^{-6}$ emu/g)	Nichtferromagnetische Werkstoffe, VSM-Bestimmung
	Geschwindigkeit	Ca. 4000-4500 m/s (monokline Phase, 25° C)	Ultraschall, Kristalldichteeffekt
	Wärmeleitfähigkeit	1,5-2,0 W/(m K) (25 °C); 2,5-3,5 W/(m K) (500 °C)	Laserblitzverfahren, etwas tiefer im Nanometerbereich
	Elastizitätsmodul	50-70 GPa (monokline Phase, Mikrometerbereich)	Nanoindentations-Test
	HERGESTELLT VON:CTIA GROUP		

## Anhang B: Experimentelle Verfahren für gängige Analysemethoden

### EXPERIMENTELLES VORGEHEN FÜR EIN GÄNGIGES ANALYSEVERFAHREN FÜR GELBES WOLFRAMOXID (WO<sub>3</sub>).

#### 1. Anleitung zur Röntgenbeugung (XRD)

##### Ziel

Analyse der Kristallform (z.B. monokline, orthogonale, tetragonale Phase), der Korngröße und der Phasenreinheit von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>).

##### Ausrüstung & Materialien

##### Instrument

Röntgendiffraktometer (z.B. Bruker D8 Advance oder Rigaku SmartLab, Cu K  $\alpha$  Strahlung,  $\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$ ).

##### Zubehör

Probentisch (Glas, Siliziumwafer ohne Hintergrund oder Aluminiumscheibe), Achatmörser und Stößel, Analysenwaage (0,0001 g), Mikropipette (10-100  $\mu$ L).

##### Probe

WO<sub>3</sub> Pulver (Mikron oder Nanoskala, 0,5-2 g).

##### Vorräte

Ethanol (analytische Qualität), Filterpapier, Ofen (60-80° C).

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

## Experimenteller Ablauf

### Probenvorbereitung

#### Pulver-Vermahlung

0,5-2 g  $WO_3$  in einen Achat-Mörser geben und 5-15 Minuten zu einem homogenen feinen Pulver (Partikelgröße  $<50 \mu\text{m}$ ) mahlen, um Kristallbruch durch Übermahlen zu vermeiden.

### Lademethode

#### Trockenpulver-Methode

Verteilen Sie das Pulver flach auf dem Proben Tisch (20 mm Durchmesser) und glätten Sie es mit einem Schieber (1-2 mm dick), um sicherzustellen, dass keine Risse oder Unebenheiten auf der Oberfläche vorhanden sind.

#### Nass-Filmen

Nanoskalige Proben wurden mit Ethanol (0,5-1 ml) dispergiert, 5 Minuten lang beschallt (40 kHz, 100 W), auf einen Siliziumwafer ohne Hintergrund (5×5 cm) tropfenbeschichtet und 30-60 Minuten lang bei 60 °C getrocknet.

#### Qualitätskontrollen

Überprüfen Sie die Gleichmäßigkeit der Probe visuell und wischen Sie die Ränder vorsichtig mit Filterpapier ab, um überschüssiges Pulver zu entfernen.

## Vorbereitung des Instruments

### Booten

Starten Sie das Gerät, heizen Sie es 30-60 Minuten lang auf und überprüfen Sie die Röntgenröhre (Spannung 40-45 kV, Strom 30-40 mA).

### Parameter-Einstellungen

Scanbereich:  $10^\circ$ - $80^\circ$  ( $2\theta$ , Abdeckung des  $WO_3$ -Hauptpeaks).

Schrittweite:  $0,01^\circ$ - $0,02^\circ$  ( $0,01^\circ$  für hohe Auflösung).

Scangeschwindigkeit:  $1$ - $4^\circ$  /min (schnelles Screening  $4^\circ$  /min, präzise Analyse  $2^\circ$  /min).

Schlitz: Divergenter Schlitz  $0,5^\circ$ , Aufnahmeschlitz  $0,1$ - $0,3$  mm.

### Kalibrierung

Die Position und Intensität des Peaks wurden mit Standard-Quarzdampf (NIST SRM 640e, Hauptpeak  $28,44^\circ$ ) oder Korund ( $Al_2O_3$ , Hauptpeak  $35,15^\circ$ ) (Fehler  $<0,02^\circ$ ) kalibriert.

## Datenerfassung

Befestigen Sie den Tisch im Instrumentenfach und stellen Sie die Höhe so ein, dass er mit dem Röntgenstrahl übereinstimmt (Spotdurchmesser 5-10 mm).

Starten Sie den Scan, zeichnen Sie das Beugungsmuster auf (ca. 20-40 min/Probe) und beobachten Sie die Peakform in Echtzeit, um sicherzustellen, dass keine abnormalen Schwankungen auftreten.

Wiederholen Sie die Messung 2-3 Mal, nehmen Sie den Mittelwert und überprüfen Sie die Konsistenz der Spitzenposition (Abweichung  $<0,05^\circ$ ).

### Wahlfrei

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Hochtemperatur-RFA (mit Hochtemperaturzubehör) von 25 °C bis 800 °C (10 °C/min) für Phasenübergänge (z. B. monokline → orthogonale).

### Datenanalyse

#### Polymorph-Abgleich

Vergleichen Sie JCPDS-Karten mit Software (MDI Jade, HighScore oder X'Pert): monokline Phase (43-1035), orthorhombische Phase (20-1324), tetragonale Phase (89-4476).

#### Körnung

Scherrer-Formel  $D = K \lambda / (\beta \cos \theta)$ ,  $K = 0,9$ ,  $\beta$  ist die halbe Höhenbreite (Bogenmaß), typische Ergebnisse: Mikron 1-5  $\mu\text{m}$ , Nanometer 20-50 nm.

#### quantitative Analyse

Die Rietveld-Verfeinerungsmethode berechnet den Phasengehalt (z. B.  $\text{WO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ -Heterophase).

#### Detektion von Verunreinigungen

Identifizierung von  $\text{NH}_4^+$  (AMT-Rückstand, ca. 32°) oder  $\text{WO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$  (ca. 16°-18°).

#### Beispiel für Ergebnisse

Monokline Phase  $\text{WO}_3$ :(002) 23,1°, (020) 23,6°, (200) 24,4°, Korngröße 30 nm (hydrothermal).

Orthogonale Phase (500°C Röstung): 22,8°-24,0° Verschiebung vom Hauptpeak.

### Häufige Probleme und Lösungen

#### Spitzen-Versatz

Die Probenhöhe ist falsch ausgerichtet, stellen Sie den Probentisch auf den Nullpunkt ein.

#### Geringe Spitzenintensität

Wenn das Probenvolumen nicht ausreicht, erhöhen Sie es auf 1-2 g oder verlängern Sie die Scanzeit.

#### Hohe Geräuschkulisse

Überprüfen Sie die Spalteinstellungen oder tauschen Sie den Wafer ohne Hintergrund aus.

#### Sicherheitsvorkehrungen

Tragen Sie Strahlenschutzkleidung, um ein Austreten von Röntgenstrahlen zu vermeiden (schließen Sie die Schutzabdeckung während des Betriebs).

Das Schleifen und Tropfen erfolgt in einem Abzug, bei dem eine N95-Maske getragen wird.

Tragen Sie bei der Bedienung des Hochtemperaturaufsatzes wärmeisolierende Handschuhe und entnehmen Sie nach dem Abkühlen Proben.

## 2. Betriebsanleitung für die Fourier-Transformations-Infrarotspektroskopie (FTIR)

### Ziel

Detektion chemischer Bindungen (z. B. W-O, W-OH), Oberflächenadsorbentien (z. B.  $\text{H}_2\text{O}$ ) und Verunreinigungen von gelbem Wolframoxid ( $\text{WO}_3$ ).

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

## Ausrüstung & Materialien

### Instrument

Fourier-Transformations-Infrarotspektrometer (z. B. das Thermo Nicolet iS50 oder das PerkinElmer Spectrum Two).

### Zubehör

KBr-Tablettierform (13 mm Durchmesser), ATR-Aufsatz (Diamant- oder ZnSe-Kristall), IR-Ofen (60-80°C), Achatmörtel.

### Probe

WO<sub>3</sub> Pulver (2-10 mg), KBr (spektroskopische Qualität, 100-300 mg).

### Vorräte

Ethanol, Filterpapier, Trockenmittel (Kieselgel).

## Experimenteller Ablauf

### Probenvorbereitung

#### KBr-Tabletten-Methode:

2-5 mg WO<sub>3</sub> und 100-200 mg KBr (Massenverhältnis 1:50-1:100) einnehmen und in einem Achatmörser 5-10 Minuten zu einer homogenen Masse (keine Körnigkeit) mahlen.

Die Mischung wird in eine Form gegossen und mit einer Tablettenpresse für 10-15 MPa unter Druck gesetzt und 1-2 Minuten lang gehalten, um transparente Scheiben (13 mm Durchmesser und 0,5-1 mm Dicke) herzustellen.

KBr Vortrocknung (80 °C, 2-4 h) zur Entfeuchtung von Feuchtigkeit, WO<sub>3</sub> nicht trocknend, wenn hydratisiert (Ausgangszustand aufgezeichnet).

**ATR-Methode:** 1-2 mg WO<sub>3</sub> Pulver wird direkt auf die Oberfläche des ATR-Kristalls aufgetragen und mit einem Eindringkörper (Kraft 50-100 N) vorsichtig gepresst.

**Dünnschichtproben:** WO<sub>3</sub>-Dünnschichten, wie z. B. FTO-Substrate, werden direkt auf den ATR-Kristall oder in den Transmissionsprobenhalter gelegt.

### Vorbereitung des Instruments

Erwärmen Sie sich (30 Minuten) und überprüfen Sie die Lichtquelle (Keramik oder Halogen) und den Detektor (Flüssigstickstoffkühlung für MCT).

### Parameter-Einstellungen

Wellenzahlbereich: 400-4000 cm<sup>-1</sup> (deckt W-O und O-H ab).

Auflösung: 2-4 cm<sup>-1</sup> (2 cm<sup>-1</sup> für hohe Auflösung).

Anzahl der Scans: 16-64 (32 regulär).

Hintergrund: Luft (durchlässig) oder reinigende ATR-Kristalle.

**Kalibrierung:** Die Peakpositionen wurden mit einer Polystyrolmembran verifiziert (1601 cm<sup>-1</sup> und 3027 cm<sup>-1</sup> mit <1 cm<sup>-1</sup> Fehler).

### Datenerfassung

**KBr-Methode:** Die Tablette wird in einen Transmissionsprobenhalter gelegt, der Hintergrund wird nach der Fixierung (32 Scans) gesammelt und das Probenspektrum

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

wird gemessen (ca. 1-2 Minuten).

**ATR-Methode:** Reinigen Sie die Kristalle (Ethanol wischen, trocknen), sammeln Sie den Hintergrund, laden Sie die Probe, drücken Sie sie und scannen Sie.

Überprüfen Sie die Spektren: Die Basislinie ist gerade, die Spitzenintensität ist moderat (Durchlässigkeit 10 %-90 %) und das Probenvolumen oder der Probendruck wird angepasst, wenn es abnormal ist.

### Datenanalyse

#### Charakteristische Gipfel:

W-O Dehnung:  $600-1000\text{ cm}^{-1}$  (Hauptspitze  $820-850\text{ cm}^{-1}$ , monokline Phase).

W=O Doppelbindung:  $930-950\text{ cm}^{-1}$  (auf der Nanoskala stärker ausgeprägt).

O-H Dehnung:  $3400-3500\text{ cm}^{-1}$  (Wasseradsorption).

O-H Biegung:  $1600-1650\text{ cm}^{-1}$  (kristallisiertes Wasser).

Verunreinigung:  $\text{NH}_4^+$  ( $1400-1500\text{ cm}^{-1}$ , AMT-Rückstand), C-H ( $2800-3000\text{ cm}^{-1}$ , organische Kontamination).

**Quantitativ:** Die Integration des Peak-Gebiets schätzt den Wassergehalt (im Vergleich zu TG-Daten).

#### Beispiel für Ergebnisse

$\text{WO}_3$  in Mikrongröße: B-Ø  $820\text{ cm}^{-1}$ , eine kleine Menge O-H  $3400\text{ cm}^{-1}$ .

Nanoskalige  $\text{WO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ : starke Spitzen  $3400\text{ cm}^{-1}$  und  $1630\text{ cm}^{-1}$ , Feuchtigkeitsgehalt 3%-5%.

### Häufige Probleme und Lösungen

**Feuchtigkeitsinterferenz:** Absorption, erneutes Trocknen oder Trocknen von Feuchtigkeit in einer Handschuhbox durch KBr oder Probe.

**Schwacher Peak:** unzureichendes Probenvolumen,  $\text{WO}_3$  auf 5-10 mg erhöhen.

**Baseline-Drift:** Der Hintergrund wird nicht subtrahiert und das Hintergrundspektrum wird wiedererfasst.

#### Sicherheitsvorkehrungen

KBr und  $\text{WO}_3$  arbeiten in einem Abzug mit Maske und Handschuhen.

Schützen Sie Ihre Hände, wenn Sie Druck auf die Tablettenpresse ausüben, und prüfen Sie, ob die Form frei von Rissen ist.

Verwenden Sie für die Reinigung der ATR-Kristalle ein weiches Tuch, um Kratzer zu vermeiden.

## 3. Bedienungsanleitung für die Rasterelektronenmikroskopie (REM)

### Zielbeobachtung

der mikroskopischen Morphologie, der Partikelgrößenverteilung und der Oberflächeneigenschaften von gelbem Wolframoxid ( $\text{WO}_3$ ).

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

## Ausrüstung & Materialien

**Instrument:** Rasterelektronenmikroskop (z. B. ZEISS Sigma 300, FEI Quanta 250 oder Hitachi SU8010).

**Zubehör:** leitfähiges Band, Coater (Au/Pt-Target), Ultraschallreiniger (40 kHz, 200-300 W), Pinzette (nicht magnetisch), Vakuumtrockenofen.

**Probe:** WO<sub>3</sub> Pulver (5-20 mg) oder Folie (z.B. FTO-Substrat).

**Verbrauchsmaterialien:** Ethanol (analytisch rein), Filterpapier, Stickstoff-Spülpistole.

## Experimenteller Ablauf

### Probenvorbereitung

#### Pulver-Proben:

Nehmen Sie 5-20 mg WO<sub>3</sub> ein und beschallen Sie es mit 1-2 mL Ethanol für 5-15 Minuten (Leistung 100-200 W, Überhitzung vermeiden).

Tragen Sie eine Pipette tropfenweise auf leitfähiges Klebeband (am Aluminiumtisch befestigt, 12 mm Durchmesser) auf und trocknen Sie es 30-60 Minuten lang bei 60 °C.

**Filmproben:** Auf 1×1 cm geschnitten, mit leitfähigem Klebeband gesichert und mit Silberpaste umrandet, um die Leitfähigkeit zu verbessern.

**Beschichtung:** Vergoldung oder Platinbeschichtung mit einem Ionen-Sputter-Coater (Dicke 5-10 nm, Strom 15-20 mA, Zeit 30-60 Sekunden), überspringen Sie, wenn das Gerät den Niedrigvakuum- oder ESEM-Modus unterstützt.

### Vorbereitung des Instruments

Wärmen Sie sich auf (30-60 Minuten) und überprüfen Sie die Elektronenkanone (Feldfeuererzeugung oder Wolframfaden, spannungstabil).

#### Parameter-Einstellungen:

Beschleunigungsspannung: 5-15 kV (10-15 kV in Mikron, 5-10 kV in Nanometer, um Schäden zu vermeiden).

Arbeitsabstand: 5-10 mm (5-7 mm für hohe Auflösung).

Detektoren: SE (Topographie), BSE (Elementarkontrast), EDS (optional, Elementaranalyse).

Vergrößerung: 100-50000 × (100-1000 × für den ersten Sweep, 5000-50000 × für den Mauser).

**Kalibrierung:** Kalibrieren Sie die Brennweite und Auflösung (Auflösung <5 nm) mit Standard-Goldpartikeln oder Siliziumwafern.

### Datenerfassung

Setzen Sie den Tisch in die Probenkammer ein und vakuumieren Sie ihn auf <10<sup>-5</sup> mbar (5-10 Minuten).

Passen Sie die Aufnahmeposition (X/Y/Z-Achse) an, um auf ein scharfes Bild zu fokussieren und Kontrast und Helligkeit zu optimieren (um eine Überbelichtung zu vermeiden).

Nehmen Sie Mehrbereichsbilder (3-5 Bilder/Probe) auf und zeichnen Sie Vergrößerung und Arbeitsbedingungen auf.

### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

**EDS-Analyse** (optional): Wählen Sie einen Bereich aus, erfassen Sie 60 bis 120 Sekunden lang und erkennen Sie W, O und Verunreinigungen (z. B. Na, Cl).

#### Datenanalyse

**Topographie:** Identifizierung von Partikeln (kugelförmig, stäbchenförmig), Grad der Agglomeration, Oberflächenrauheit (analysiert mit ImageJ).

**Partikelgröße:** 50-100 Partikel werden gezählt und der Durchschnitt und die Verteilung (normal oder schief) werden berechnet.

**EDS:** Das Atomverhältnis W: O beträgt etwa 1:3, der Verunreinigungsgehalt <1% (z. B. Mo, Fe).

#### Beispiel für Ergebnisse

Hydrothermales WO<sub>3</sub>: Nanostäbchen, 50-100 nm lang, 10-20 nm im Durchmesser.

Kalziniertes WO<sub>3</sub>: Mikronpartikel, 1-5 µm, glatte Oberfläche.

#### Häufige Probleme und Lösungen

**Probenaufladung:** unscharfe Bilder, Erhöhung der Schichtdicke oder Absenkung der Spannung auf 5 kV.

**Niedrige Auflösung:** Der Arbeitsabstand ist zu groß, auf 5-7 mm einstellen.

**EDS-Peak-Überlappung:** Verlängern Sie die Erfassungszeit oder verbessern Sie die Energieauflösung.

#### Sicherheitsvorkehrungen

Schließen Sie die Probenkammer während des Betriebs, um Elektronenstrahlleakagen (Strahlungsrisiko) zu vermeiden.

Ultraschall und Beschichtung in einem Abzug, tragen Sie eine Schutzbrille.

Überprüfen Sie die Temperatur (<50 ° C), wenn der Probentisch entfernt wird.

#### 4. Bedienungsanleitung für die Transmissionselektronenmikroskopie (TEM)

##### Zielbeobachtung

der nanoskaligen Morphologie, der Gitterstruktur und der hochauflösenden Morphologie von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>).

##### Ausrüstung & Materialien

**Instrument:** Transmissionselektronenmikroskop (z. B. JEOL JEM-2100F oder FEI Tecnai G2 F20, Field Emission Gun).

**Zubehör:** Kohlenstoffkupfergewebe (200-400 mesh), Ultraschallreiniger, Pipette (10-50 µL), Coater (optional).

**Probe:** WO<sub>3</sub> Nanopulver (5-10 mg).

##### Experimenteller Ablauf

##### Probenvorbereitung

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Nehmen Sie 5-10 mg  $WO_3$  ein, dispergieren Sie in 2-5 mL Ethanol und beschallen Sie es 10-20 Minuten lang (40 kHz, 100-200 W).

Pipettieren Sie die Suspension (10-20  $\mu$ L), geben Sie sie auf ein Kohlenstoff-Kupfer-Netz und trocknen Sie sie natürlich (25 °C, 30 min) oder 60 °C für 15 min.

Überprüfen Sie das Kupfergewebe: Die Probe ist gleichmäßig verteilt und es gibt keine große Agglomeration.

### Vorbereitung des Instruments

Aufwärmen (1-2 Stunden) und Elektronenkanone (200 kV) und Vakuum ( $<10^{-7}$  mbar) überprüfen.

### Parameter-Einstellungen:

Beschleunigungsspannung: 100-200 kV (200 kV typisch).

Vergrößerung: 5000-500000 $\times$  (5000-50000  $\times$  für Morphologie mit geringer Vergrößerung, 100000-500000  $\times$  für Gitter mit hoher Vergrößerung).

Kamera: CCD oder CMOS, Auflösung 4k $\times$ 4k.

Kalibrierung: Kalibrierung der Auflösung (Spotauflösung  $<0,2$  nm) mit Standard-Goldnanopartikeln.

### Datenerfassung

Befestigen Sie das Kupfernetz am Probenhalter, setzen Sie es in die TEM-Kammer ein und evakuieren Sie es auf  $<10^{-6}$  mbar.

Stellen Sie den Fokus des Elektronenstrahls ein und scannen Sie den Probenbereich bei geringer Vergrößerung (um Schäden durch übermäßige Strahlung zu vermeiden).

Erfassen Sie Topografiekarten (5.000 bis 50.000  $\times$ ), hochauflösende HRTEM-Karten (mehr als 100.000  $\times$ ) und Gitterstreifen.

**Optional:** Selektive Elektronenbeugung (SAED) für die Polymorph-Analyse.

### Datenanalyse

**Morphologie:** Messen Sie die Größe von Nanopartikeln (Länge, Durchmesser) und beobachten Sie Korngrenzen und Defekte.

**Gitter:** Verwenden Sie die Software DigitalMicrograph, um den interplanaren Abstand zu berechnen (z. B. monokline Phase (200) 0,365 nm).

**SAED:** Passen Sie die Beugungsringe an, um die Kristallform zu bestätigen (z. B. monokline Phase).

### Beispiel für Ergebnisse

Hydrothermale  $WO_3$ : Nanostäbchen, Länge 50-100 nm, Gitterabstand 0,384 nm ((020) Fläche).

SAED: monokline Phase mit klarem Ringmuster.

### Sicherheitsvorkehrungen

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Schließen Sie die TEM-Kammer während des Betriebs, um Leckagen mit hochenergetischen Elektronenstrahlen zu vermeiden.

Ultraschall zerstreut das Tragen einer Maske, um das Einatmen von Staub zu verhindern. Das Kupfergeflecht wird mit einer Pinzette bedient, um eine Kontamination zu vermeiden.

## 5. Betriebsrichtlinien für die Ultraviolett-sichtbare Spektroskopie (UV-Vis)

### ZielBestimmung

der Bandlücke, der Energie und der Lichtabsorptionseigenschaften von gelbem Wolframoxid ( $\text{WO}_3$ ).

### Ausrüstung & Materialien

**Instrument:** UV-Vis-Spektralphotometer (z.B. Shimadzu UV-2600 mit Ulbrichtkugel-Aufsatz).

Zubehör: Quarzküvetten (1 cm Schichtdicke),  $\text{BaSO}_4$  Normplatten, Ultraschallreiniger.

**Probe:**  $\text{WO}_3$  Pulver (10-20 mg) oder Folie.

### Experimenteller Ablauf

#### Probenvorbereitung

**Pulver (diffuser Reflexionsgrad):** 10-20 mg  $\text{WO}_3$  einnehmen, gleichmäßig mahlen, flach in die Probenzelle (1-2 mm dick) legen und mit einem Objektschieber flach drücken.

**Dünnschicht (durchlässig):** Die  $\text{WO}_3$ -Folie (z. B. FTO-Substrat) wird gereinigt (10 Minuten lang in Ethanol beschallt), getrocknet und in ein Küvettengestell gelegt.

**Suspension (optional):** 10 mg  $\text{WO}_3$  beschallt, dispergiert in 10 mL Wasser oder Ethanol (Konzentration 1 mg/ml) und in Quarzküvetten geladen.

#### Vorbereitung des Instruments

Erwärmen Sie sich (30 Minuten) und überprüfen Sie die Lichtquelle (200-400 nm für Deuteriumlampe, 400-800 nm für Wolframlampe).

#### Parameter-Einstellungen:

Wellenlängenbereich: 200-800 nm.

Scangeschwindigkeit: mittel (200 nm/min).

Auflösung: 1 nm.

Modi: Diffus (Pulver), Transmission (Dünnschicht/Suspension).

Kalibrierung: Subtrahieren Sie den Hintergrund mit einer  $\text{BaSO}_4$ -Platte (diffus) oder einer Blankoküvette (Transmission).

#### Datenerfassung

**Diffuse Reflexion :** Platzieren Sie die Probenzelle auf der Ulbrichtschen Kugel und erfassen Sie das Reflexionsspektrum (ca. 2-3 Minuten).

**Transmission:** Eine Küvette wird in den Strahlengang eingelegt und das Transmissionsspektrum aufgezeichnet.

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Überprüfen Sie die Kurve: Die Absorptionskante ist klar und es gibt keine abnormalen Peaks (z. B. 280 nm Lösungsmittelpeak).

### Datenanalyse

Berechnung der Bandlücke: Unter Verwendung der Tauc-Gleichung  $(\alpha h\nu)^{1/n} = A(h\nu - E_g)$ ,  $n = 2$  (indirekte Bandlücke), Diagramm  $(F(R)h\nu)^2$  vs.  $h\nu$ ,  $F(R) = (1-R)^2/2R$  (Kubelka-Munk-Funktion).

Absorptionskanten: 450-470 nm auf Mikrometerebene, 420-450 nm auf Nanometerebene.  
Ergebnis:  $E_g = 2,6-2,8$  eV (Mikrometerbereich),  $2,4-2,6$  eV (Nanometerbereich).

### Beispiel für Ergebnisse

Hydrothermale  $WO_3$ : Absorptionskante 430 nm,  $E_g = 2,7$  eV.

Kalzination  $WO_3$ : Absorptionskante 460 nm,  $E_g = 2,6$  eV.

### Sicherheitsvorkehrungen

Schließen Sie während des Betriebs den Deckel des Instruments, um Schäden an den Augen durch UV-Licht zu vermeiden.

Bereiten Sie die Suspension mit Handschuhen vor, um Hautkontakt zu vermeiden.

## 6. BET-Leitfaden für die Analyse der spezifischen Oberfläche und Porosität

### Zielbestimmung

der spezifischen Oberfläche und Porenverteilung von gelbem Wolframoxid ( $WO_3$ ).

### Ausrüstung & Materialien

Gerät: Oberflächenanalysator (z. B. Micromeritics ASAP 2020 oder Quantachrome Autosorb-iQ).

Zubehör: Probenröhrchen (Glas, 10-20 mL), Vakuum-Entgasungsstation, Waage (Genauigkeit 0,0001 g).

Probe:  $WO_3$  Pulver (0,1-0,5 g).

### Experimenteller Ablauf

#### Probenvorbereitung

0,1-0,5 g  $WO_3$  entnehmen, in ein Probenröhrchen geben, wiegen und aufzeichnen (auf 0,0001 g genau).

Vakuumentgasung bei 200°C an einer Entgasungsstation für 4-6 Stunden (Vakuum  $<10^{-2}$  mbar), um Feuchtigkeit und flüchtige Bestandteile zu entfernen.

Nach dem Abkühlen erneut wiegen und die Gewichtsverlustrate berechnen ( $<5\%$  ist angemessen).

### Vorbereitung des Instruments

Heizen Sie die Maschine beim Start (30 Minuten) auf und überprüfen Sie das Flüssigstickstoffbad (77 K) und die Vakuumpumpe.

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

### Parameter-Einstellungen:

Adsorbiertes Gas: N<sub>2</sub> (Reinheit >99,999 %).

Druckbereich: P/P<sub>0</sub> = 0,01-0,995.

Äquilibrierungszeit: 10-20 Sekunden/Punkt.

Kalibrierung: Überprüfen Sie die Genauigkeit des Geräts mit einer Standardprobe (z. B. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, BET 155 m<sup>2</sup>/g).

### Datenerfassung

Stellen Sie das Probenröhrchen an die Analyseöffnung, kühlen Sie es auf 77 K ab (Eintauchen in flüssigen Stickstoff) und leiten Sie den Adsorptions-Desorptionstest ein (ca. 4-6 Stunden).

Überprüfen Sie die Adsorptionsisotherme: Typ IV (mesoporöser Charakter) oder Typ II (nicht porös).

### Datenanalyse

**Spezifische Oberfläche:** BET-Modell, lineare Anpassung im Bereich P/P<sub>0</sub> = 0,05-0,3.

**Porenverteilung:** BJH-Modell (Desorptionskurve) zur Berechnung der Porengröße und des Porenvolumens.

**Ergebnisse:** 5-10 m<sup>2</sup>/g im Mikrometerbereich, 20-50 m<sup>2</sup>/g im Nanometerbereich und 5-20 nm Porengröße.

### Beispiel für Ergebnisse

Hydrothermaler WO<sub>3</sub>: BET 45 m<sup>2</sup>/g, Porengröße 8-12 nm.

Gerösteter WO<sub>3</sub>: BET 7 m<sup>2</sup>/g ohne sichtbare Poren.

### Sicherheitsvorkehrungen

Tragen Sie beim Umgang mit flüssigem Stickstoff kryogene Handschuhe und eine Schutzbrille, um Erfrierungen zu vermeiden.

Die Entgasungsstation hatte eine hohe Temperatur (200 ° C) und nach dem Abkühlen wurden Proben entnommen.

### Anhang C: Liste der Patente im Zusammenhang mit gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>).

CN102019429A、US10262770B2 usw.

**Liste der Patente im Zusammenhang mit gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) (erweiterte Version)**

**Patente im Zusammenhang mit Präparationsverfahren**

**US7591984B2 - Aufbereitung von Wolframoxid**

**Erscheinungsdatum:** 2009-10-06

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

**Erfinder:** Norman R. Brese, Michael T. McLaughlin

**Patentinhaber:** Air Products and Chemicals, Inc.

**Zusammenfassung:** Herstellung von nanoskaligen  $\text{WO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ , Ammoniumparawolframat (APT), gelöst in konzentriertem HCl, schnell zu Wasser hinzugefügt, um Nanoblätter zu bilden  $\text{WO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ , gegläht (200-400 °C), um gelbes  $\text{WO}_3$  zu erhalten.

**Anwendungen:** Photokatalyse, Sensoren.

**Eigenschaften:** Der Prozess ist einfach und die Form ist einzigartig.

**CN106006743A - Zubereitungsmethode von Orthorhombic Black  $\text{WO}_3$**

**Erscheinungsdatum:** 2016-10-12

**发明人:** 李文龙 (Wenlong Li) 等

**Patentinhaber:** Institut für Verfahrenstechnik, Chinesische Akademie der Wissenschaften

**Zusammenfassung:** Orthogonales Phasenschwarzes  $\text{WO}_3$  (400-600°C) wurde durch Reduktion von  $\text{WO}_3$ -Pulver und Al-Pulver in einem Vakuum-Dual-Temperatur-Zonenofen hergestellt, um die Absorption des sichtbaren Lichts zu verbessern.

**Anwendung:** Photokatalysator.

**Eigenschaften:** Black  $\text{WO}_3$  verbessert die Reaktionsfähigkeit des Lichts.

**CN102502821A - Herstellungsverfahren für monoklines Wolframtrioxid**

**Veröffentlichungsdatum:** 2012-06-20

**发明人:** 王德宝 (Debao Wang) 等

**Patentinhaber:** Shanxi Institute of Coal Chemistry, Chinesische Akademie der Wissenschaften

**Zusammenfassung:** APT wurde als Rohstoff zur Herstellung von gelbem monoklinen  $\text{WO}_3$  durch Säuern, Hydrothermal und Rösten (400-600°C) verwendet.

**Anwendung:** Photokatalytische, gasempfindliche Materialien.

**Eigenschaften:** Hohe einphasige Reinheit.

**JP2006169092A - Verfahren zur Herstellung von Wolframtrioxid-Feinpartikeln**

**Veröffentlichungsdatum:** 2006-06-29

**发明人:** 山本健治 (Kenji Yamamoto) 等

**Verifizierter Lieferant:** Sumitomo Metal Mining Co., Ltd.

**Zusammenfassung:** Wolframsäurelösung wird mit Säure gemischt und erhitzt (100-200°C), um  $\text{WO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ , geröstet (300-500°C), um 10-100 nm gelbe  $\text{WO}_3$ -Partikel zu erhalten.

**Anwendungen:** Pigmente, Photokatalyse.

**Merkmale:** Präzise Steuerung der Partikelgröße.

**CN103803641A - Herstellungsverfahren für Nano-Wolframtrioxid-Pulver**

**Erscheinungsdatum:** 2014-05-21

**Erfinder:** Xiaobing Li, et al

**Patentinhaber:** Central South University

**COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**

**Zusammenfassung:** 20-50 nm gelbes Nano-WO<sub>3</sub> wurde durch saure Fällung und hydrothermal (180-220°C, 12-24 h) unter Verwendung von Natriumwolframat als Rohstoff hergestellt.

**Anwendungen:** Photokatalyse, Batteriematerialien.

**Eigenschaften:** Hohe Produktgleichmäßigkeit.

#### US4855161A - Verfahren zur Herstellung von Wolframtrioxid

**Erscheinungsdatum:** 1989-08-08

发明人: Donald H. Moser

专利权人: GTE Products Corporation

**Zusammenfassung:** Gelbes WO<sub>3</sub> wurde durch thermische Zersetzung (500-700 °C) von Ammoniumwolframatlösung hergestellt, um die Partikelgröße und -reinheit zu kontrollieren.

**Anwendungen:** Industrielle Pigmente, Katalysatoren.

**Merkmale:** Frühes industrielles Verfahren.

#### CN109052476A - Herstellungsverfahren für gelbes Wolframoxid

**Erscheinungsdatum:** 2018-12-21

发明人: 张启龙 (Qilong Zhang) 等

Patentinhaber: Ganzhou Nonferrous Metals Research Institute

**Zusammenfassung:** Yellow WO<sub>3</sub> wurde durch Alkalilaugung, Ionenaustausch, saure Fällung und Röstung (450-550°C) mit einer Reinheit von >99,9% unter Verwendung von Wolframkonzentrat als Rohstoff hergestellt.

**Anwendung:** Hochreine Wolframprodukte.

**Eigenschaften:** Geeignet für die direkte Herstellung aus Erz.

#### WO2014053606A1 - Verfahren zur Herstellung von Wolframoxid

**Veröffentlichungsdatum:** 2014-04-10

Veranstaltet von: Wolfgang Rohde 等

Bevollmächtigter: BASF SE

**Zusammenfassung:** Herstellung von WO<sub>3</sub>-Filmen oder -Pulvern aus WF<sub>6</sub>-Vorläufern durch Gasphasenabscheidung (CVD) für nanoskalige Anwendungen.

**Anwendungen:** Dünnschichtgeräte, Photokatalyse.

**Merkmale:** Hochpräziser Dampfphasenprozess.

**Patente im Zusammenhang mit der Photokatalyse**

#### EP2380687A1 - Photokatalytisches Material auf Basis von Wolframoxid

**Erscheinungsdatum:** 2011-10-26

发明人: Leila Benameur 等

专利权人: Saint-Gobain Glass Frankreich

**Zusammenfassung:** WO<sub>3</sub>-Beschichtungen werden durch Sol-Gel- oder Dampfphasenabscheidung für selbstreinigendes Glas, Zersetzung organischer Stoffe

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

unter UV/Vis-Licht, hergestellt.

**Anwendung:** Selbstreinigende Oberfläche.

**Eigenschaften:** Starke Haltbarkeit.

### **US20170266648A1 - WO<sub>3</sub>/TiO<sub>2</sub> Kern-Schale-Photokatalysator und Verfahren zu dessen Herstellung**

**Veröffentlichungsdatum:** 2017-09-21

**Erfinder:** Wei Zhang, et al

**Patentinhaber:** Es gibt keinen eindeutigen Patentinhaber

**Zusammenfassung:** WO<sub>3</sub>-Kerne beschichten TiO<sub>2</sub>-Schalen, um die Reaktion des sichtbaren Lichts und die Effizienz der Elektron-Loch-Trennung zu verbessern.

**Anwendungen:** Wasseraufbereitung, Luftreinigung.

**Merkmale:** Die Kern-Schalen-Struktur optimiert die Leistung.

### **CN105688972A - WO<sub>3</sub>-basierter Photokatalysator und Präparationsverfahren**

**Veröffentlichungsdatum:** 2016-06-22

**Erfinder:** Qiang Liu, et al

**Patentinhaber:** Technische Universität Peking

**Zusammenfassung:** WO<sub>3</sub> wurde mit g-C<sub>3</sub>N<sub>4</sub> compoundiert und durch ein hydrothermales Verfahren hergestellt, um den photokatalytischen Abbau organischer Schadstoffe zu verbessern.

**Anwendung:** Umweltreinigung.

**Merkmale:** Verstärkungsaktivität des Verbundwerkstoffs.

### **US9975110B2 - Photokatalytischer Wolframoxidfilm**

**Erscheinungsdatum:** 2018-05-22

**发明人:** Nitin Sharma 等

**专利权人:** Panasonic Intellectual Property Management Co., Ltd.

**Zusammenfassung:** WO<sub>3</sub> Dünnschichten wurden durch Sputterabscheidung hergestellt und mit N oder S dotiert, um die photokatalytische Effizienz des sichtbaren Lichts zu verbessern.

**Anwendung:** Luftreinigung in Innenräumen.

**Merkmale:** Doping-Modifikation.

**Patente im Zusammenhang mit elektrochromen**

### **US20110111209A1 - Hochbelastbare elektrochrome Bauelemente, einschließlich Wolframoxidfilme**

**Veröffentlichungsdatum:** 2011-05-12

**发明人:** Mark Samuel Burdis 等

**专利权人:** Sage Electrochromics, Inc.

**Zusammenfassung:** Poröse WO<sub>3</sub>-Schichten wurden durch hochgespannte Sputterabscheidung (>500 V) hergestellt, um die elektrochrome Haltbarkeit zu verbessern.

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

**Anwendung:** Smart Windows.

**Eigenschaften:** Hervorragende Ionendiffusionsleistung.

#### **CN104445989A - Elektrochromes Gerät auf Basis von WO<sub>3</sub>**

**Veröffentlichungsdatum:** 2015-03-25

**Erfinder:** Mei Li et al

**Patentinhaber:** Shanghai Institute of Ceramics, Chinesische Akademie der Wissenschaften

**Zusammenfassung:** WO<sub>3</sub> Dünnschicht- und NiO-Gegenelektrode bilden ein vollwertiges elektrochromes Bauelement mit einer Ansprechzeit von <10 s.

**Anwendung:** Smart Glass.

**Merkmale:** Voll-Solid-State-Design.

#### **US8294974B2 - Elektrochromes Gerät mit WO<sub>3</sub> Schicht**

**Veröffentlichungsdatum:** 2012-10-23

**Erfinder:** Zhongchun Wang 等

**Patentinhaber:** Applied Materials, Inc.

**Zusammenfassung:** Die WO<sub>3</sub>-Schicht wird durch plasmagestützte chemische Gasphasenabscheidung (PECVD) präpariert, um den optischen Modulationsbereich zu erhöhen.

**Anwendungen:** Monitore, Windows.

**Merkmale:** Hohe Abscheiderate.

**Patente im Zusammenhang mit Gassensoren**

#### **US10266947B2 - Nanostrukturierte Wolframoxid-Gassensoren**

**Veröffentlichungsdatum:** 2019-04-23

**Erfinder:** Andrei Kolmakov et al

**Patentinhaber:** Universität von Maryland

**Zusammenfassung:** Nanodrähte oder Nanoblätter WO<sub>3</sub>, dotiert mit Pt/Pd, erhöhen die Empfindlichkeit gegenüber H<sub>2</sub>, CO.

**Anwendung:** Gasdetektion.

**Eigenschaften:** Hohe Selektivität.

#### **CN107132265A - WO<sub>3</sub>-basierter Gassensor und Aufbereitungsmethode**

**Veröffentlichungsdatum:** 2017-09-05

**Erfinder:** Li Zhang, et al

**Patentinhaber:** Universität Jilin

**Zusammenfassung:** WO<sub>3</sub>-Nanostäbchen wurden mittels hydrothermale Verfahren hergestellt und mit Au dotiert, um die Reaktionsfähigkeit auf NO<sub>2</sub> zu verbessern.

**Anwendung:** Umweltüberwachung.

**Eigenschaften:** Hohe Empfindlichkeit bei niedrigen Temperaturen.

#### **EP2787528A1 - Gassensor mit Wolframoxidschicht**

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

**Veröffentlichungsdatum:** 2014-10-08

发明人: Ralf Moos 等

专利权人: Siemens AG

**Zusammenfassung Zusammenfassung:** WO<sub>3</sub> Dünnschichtsensor für die NH<sub>3</sub>-Detektion mit einer Betriebstemperatur von 200-400°C.

**Anwendung:** Überwachung von Industrieemissionen.

**Eigenschaften:** Hohe Temperaturstabilität.

**Patente im Zusammenhang mit Batteriematerialien**

**US20150364755A1 - Anodenmaterial auf Wolframoxid-Basis für Lithium-Ionen-Batterien**

**Erscheinungsdatum:** 2015-12-17

发明人: Xiangyang Zhou 等

专利权人: General Electric Company

**Zusammenfassung:** WO<sub>3</sub>-Nanopartikel werden mit Kohlenstoff als Anode von Lithium-Ionen-Batterien kombiniert, um die Zyklenstabilität zu verbessern.

**Anwendung:** Energiespeicherbatterie.

**Merkmale:** Design mit hoher Kapazität.

**CN108172803A - Herstellungsverfahren für WO<sub>3</sub>-Elektrodenmaterial**

**Veröffentlichungsdatum:** 2018-06-15

Erfinder: Fang Wang u.a.

Patentinhaber: Technische Universität Wuhan

**Zusammenfassung:** WO<sub>3</sub>-Nanoblätter werden durch solvothermes Verfahren für Superkondensator-Elektroden mit einer Kapazität von >500 F/g hergestellt.

**Anwendung:** Superkondensatoren.

**Merkmale:** Hohe spezifische Kapazität.

**Sonstige anwendungsbezogene Patente**

**US20020002879A1 - Verfahren zur Herstellung einer oxiddispersionsverstärkten Wolfram-Schwerlegierung**

**Veröffentlichungsdatum:** 2002-01-10

发明人: 朴钟진 (Jong-Jin Park) 等

专利权人: Korea Advanced Institute of Science and Technology (KAIST)

**Zusammenfassung:** WO<sub>3</sub> wurde als Vorläufer zur Herstellung von Wolfram-Schwerlegierungen durch mechanisches Legieren verwendet, und Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub> wurde hinzugefügt, um die Hochtemperaturleistung zu verbessern.

**Anwendung:** Militärische Materialien.

**Eigenschaften:** Hohe Festigkeit.

**CN109943888A - WO<sub>3</sub>-basierte thermochrome Folie**

**Veröffentlichungsdatum:** 2019-06-28

**COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**

**Erfinder:** Gang Li et al.

**Patentinhaber:** Universität für Wissenschaft und Technologie Peking

**Zusammenfassung:** WO<sub>3</sub> dotiert mit V oder Mo zur Herstellung thermochromer Schichten für den Einsatz in intelligenten Temperierfenstern.

**Anwendung:** Energieeffizienz von Gebäuden.

**Eigenschaften:** Temperaturempfindlichkeit.

#### **US20190276326A1 - Wolframoxid-Pigment**

**Veröffentlichungsdatum:** 2019-09-12

**发明人:** Robert W. Jones 等

**专利权人:** The Shepherd Color Company

**Zusammenfassung:** WO<sub>3</sub> wird mit anderen Oxiden compoundiert, um gelbe Pigmente mit hoher Witterungsbeständigkeit herzustellen.

**Anwendungen:** Beschichtungen, Kunststoffe.

**Eigenschaften:** Farbstabilität.

#### **CN112723431A - Präparation von WO<sub>3</sub> Quantum Dots**

**Veröffentlichungsdatum:** 2021-04-30

**Erfinder:** Ming Chen et al

**Patentinhaber:** Universität Xiamen

**Zusammenfassung:** Präparation von WO<sub>3</sub>-Quantenpunkten (<10 nm) mittels mikrowellenunterstützter Methode für Bioimaging und Photokatalyse.

**Anwendungen:** Biomedizinisch, photokatalytisch.

**Merkmale:** Signifikante Quanteneffekte.

#### **WO2020157650A1 - WO<sub>3</sub>-basierte antimikrobielle Beschichtung**

**Veröffentlichungsdatum:** 2020-08-06

**发明人:** Maria Strømme 等

**专利权人:** Universität Uppsala

**Zusammenfassung:** WO<sub>3</sub>-Beschichtungen erzeugen durch Photokatalyse reaktive Sauerstoffspezies und haben antimikrobielle Eigenschaften.

**Anwendung:** Beschichtung für medizinische Geräte.

**Eigenschaften:** Grüne antibakterielle Technologie.

## **Anlage D:**

**China, Japan, Deutschland, Russland, Südkorea und  
internationale Standards in Bezug auf gelbes Wolframoxid**

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

## (WO<sub>3</sub>).

### Chinesische Normen in Bezug auf gelbes Wolframoxid (WO<sub>3</sub>).

#### YS/T 535-2006 《Ammoniummetawolfram》

**Erscheinungsdatum:** 2006

**Anwendungsbereich:** Es sind die technischen Anforderungen, Prüfverfahren, Prüfregeln und Verpackungen von Ammoniummetawolfram (AMT, (NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>WO<sub>4</sub>) festgelegt, und Ammoniummetawolfram ist ein wichtiger Vorläufer für die Herstellung von WO<sub>3</sub>.

**Hauptinhalt:**

Chemische Zusammensetzung: WO<sub>3</sub>-Gehalt ≥88,5 % (erste Klasse), Grenzwerte für Verunreinigungen (z. B. Mo ≤0,02 %, Fe ≤0,001 %).

Physikalische Eigenschaften: Partikelgröße (Siebrate), Aussehen (weißes oder gelbliches kristallines Pulver).

Prüfmethode: Der WO<sub>3</sub>-Gehalt wird durch die Gewichtsmethode bestimmt und die Verunreinigung wird durch ICP-OES oder AAS bestimmt.

**Assoziiert mit WO<sub>3</sub>:** AMT wird durch Rösten (500-600°C) in WO<sub>3</sub> zersetzt, und der Standard wirkt sich direkt auf die Reinheit und Qualität von WO<sub>3</sub> aus.

#### GB/T 26034-2010 Wolframsäure

**Erscheinungsdatum:** 2010

**Anwendungsbereich:** Wolframsäure (H<sub>2</sub>WO<sub>4</sub>) für den industriellen Einsatz, als WO<sub>3</sub>-Vorläufer oder Direktquelle.

**Hauptinhalt:**

Chemische Zusammensetzung: WO<sub>3</sub>-Gehalt ≥98,0 %, Grenzwerte für Verunreinigungen (z. B. Na ≤0,02 %, S ≤0,01 %).

Aussehen: Gelbes Pulver.

Prüfmethode: Reduktionstitation auf WO<sub>3</sub>-Gehalt, Spektroskopie auf Verunreinigungen.

**Assoziiert mit WO<sub>3</sub>:** Wolframsäure wird zu WO<sub>3</sub> kalziniert, und der Standard sichert die Qualität des Rohstoffs.

#### YS/T 572-2007 Wolframoxid

**Erscheinungsdatum:** 2007

**Anwendungsbereich:** Es sind die technischen Anforderungen, Prüfverfahren und Verpackungen von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) festgelegt.

**Hauptinhalt:**

Note: WO<sub>3</sub> ≥99,95 % für die 1. Klasse, 99,9 % ≥99,9 % für die 2. Klasse.

Grenzwert für Verunreinigungen: Mo ≤0,01 %, Fe ≤0,001 %, Si ≤0,002 %.

Physikalische Eigenschaften: Partikelgröße (<20 μm), Schüttdichte (1,5-3,0 g/cm<sup>3</sup>).

Testmethode: Der WO<sub>3</sub>-Gehalt wird durch RFA oder chemische Titration titriert, die Partikelgröße wird mit einem Laser-Partikelgrößenanalysator gemessen.

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

**Verbunden mit WO<sub>3</sub>:** Direkt auf den Industriestandard für gelbes WO<sub>3</sub> ausgerichtet, der bei der Herstellung von Wolframprodukten weit verbreitet ist.

#### **GB / T 3457-2013 Wolframpulver**

**Erscheinungsdatum:** 2013

**Anwendungsbereich:** Wolframpulver, hergestellt durch WO<sub>3</sub>-Reduktion.

**Hauptinhalt:**

Chemische Zusammensetzung: W ≥99,9%, O ≤0,05%.

Partikelgröße: 0,5-50 μm.

Prüfmethode: Der O-Gehalt wird durch die Impulsheizmethode ermittelt.

**In Verbindung mit WO<sub>3</sub>:** WO<sub>3</sub> ist der Hauptrohstoff für Wolframpulver, und die Norm spiegelt indirekt die Reinheitsanforderungen von WO<sub>3</sub> wider.

#### **Japanische Norm in Bezug auf gelbes Wolframoxid (WO<sub>3</sub>).**

##### **Jis 1462:2015 《Analysemethoden für Wolframverbindungen》**

**Erscheinungsdatum:** 2015

**Anwendungsbereich:** Geeignet für die chemische Analyse von Wolframverbindungen (z.B. WO<sub>3</sub>, Wolframat).

**Hauptinhalt:**

WO<sub>3</sub> Gehaltsbestimmung: gravimetrisches Verfahren (Wiegen nach Reduktion) oder photometrisches Verfahren (Thiocyanat-Farbentwicklung).

Verunreinigungsanalyse: Mo, Fe, Si usw. verwenden AAS oder ICP.

Feuchtigkeitsermittlung: Trocknungsmethode (105°C).

**Im Zusammenhang mit WO<sub>3</sub>:** Es stehen Standardanalysemethoden für WO<sub>3</sub> zur Verfügung, um die chemische Reinheit für industrielle Anwendungen sicherzustellen.

##### **JIS H 1403:2001 Chemische Analyseverfahren für Wolfram- und Molybdänwerkstoffe**

**Erscheinungsdatum:** 2001

**Anwendungsbereich:** Geeignet für Wolfram- und Molybdänmaterialien, Oxide einschließlich WO<sub>3</sub>.

**Hauptinhalt:**

WO<sub>3</sub> Quantitativ: Chemische Titration (Reduktionsmethode).

Verunreinigung: Na und K werden durch Flammenphotometrie bestimmt, P durch Spektrophotometrie.

**In Verbindung mit WO<sub>3</sub>:** Wird indirekt zur Qualitätskontrolle von WO<sub>3</sub> verwendet, insbesondere bei der Herstellung von Wolframlegierungen.

#### **Deutsche Norm für gelbes Wolframoxid (WO<sub>3</sub>).**

##### **DIN 51078:2002 Prüfung für Rohstoffe für Oxidkeramik**

**Erscheinungsdatum:** 2002

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

**Anwendungsbereich:** Geeignet für die Prüfung der physikalischen und chemischen Eigenschaften von oxidkeramischen Rohstoffen (z.B.  $\text{WO}_3$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ).

**Hauptinhalt:**

Chemische Zusammensetzung:  $\text{WO}_3$ -Gehalt durch RFA oder Nasschemie.

Partikelgrößenverteilung: Laserbeugung.

Spezifische Oberfläche: BET-Methode ( $\text{N}_2$ -Adsorption).

**Assoziiert mit  $\text{WO}_3$ :**  $\text{WO}_3$  wird als keramisches Additiv oder Vorläufer zur Charakterisierung seiner physikalischen Eigenschaften verwendet.

**DIN EN ISO 21068-2:2008 Chemische Analyse von Roh-, Hilfs- und Betriebsstoffen aus keramischen Materialien - Teil 2**

**Erscheinungsdatum:** 2008

**Anwendungen:** Analyse von Silikaten und Oxiden in keramischen Werkstoffen, u.a.  $\text{WO}_3$ .

**Hauptinhalt:**

$\text{WO}_3$ -Gehalt: ICP-OES oder RFA.

Verunreinigungen: Grenzwerte für Schwermetalle (z. B. Pb, Cd).

**Assoziiert mit  $\text{WO}_3$ :** Wird für die Qualitätsprüfung von  $\text{WO}_3$  in Keramik oder Verbundwerkstoffen verwendet.

**Russische Norm für gelbes Wolframoxid ( $\text{WO}_3$ ).**

**GOST 25702-83**

**Erscheinungsdatum:** 1983

**Anwendungsbereich:** Geeignet für die Analyse von Wolframat (z.B.  $\text{Na}_2\text{WO}_4$ ) und derivatisiertem  $\text{WO}_3$ .

**Hauptinhalt:**

$\text{WO}_3$  Inhalt: Gravimetrisches Verfahren (Kalzinierung nach Fällung).

Verunreinigungen: Fe und Mn werden durch Kolorimetrie gemessen, Mo durch Photometrie.

Feuchtigkeit und flüchtige Stoffe: Trocknungsmethode ( $120^\circ\text{C}$ ).

**Assoziiert mit  $\text{WO}_3$ :** Stellt Analysemethoden für  $\text{WO}_3$ -Vorläufer für die Wolframindustrie in der Sowjetzeit bereit.

**GOST 14316-91 Wolfram-Konzentrat**

**Erscheinungsdatum:** 1991

**Anwendungsbereich:** Qualitätsanforderungen an Wolframkonzentrat ( $\text{WO}_3$ -Gehalt 50%-70%).

**Hauptinhalt:**

$\text{WO}_3$  Inhalt: Chemische Titration.

Verunreinigung: Grenzwerte von S, P, As usw.

**In Verbindung mit  $\text{WO}_3$ :**  $\text{WO}_3$  wird aus Wolframkonzentrat gewonnen, und der Standard beeinflusst die Qualität des Rohmaterials.

**COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**

## Koreanischer Standard in Bezug auf gelbes Wolframoxid (WO<sub>3</sub>).

### KS D 9502:2018 Chemische Analyseverfahren für Wolfram und Wolframlegierungen

Erscheinungsdatum: 2018

Anwendungsbereich: Geeignet für die Analyse von Wolframmaterialien und -oxiden (z.B. WO<sub>3</sub>).

#### Hauptinhalt:

WO<sub>3</sub>-Gehalt: ICP-MS oder gravimetrisches Verfahren.

Verunreinigung: Fe und Mo verwenden AAS, C verwendet die Verbrennungsmethode.

Assoziiert mit WO<sub>3</sub>: Für die WO<sub>3</sub>-Reinheitsprüfung, insbesondere im Bereich der elektronischen Materialien.

### KS M ISO 11885:2008 Wasserqualität - Bestimmung von Metallelementen - ICP-OES-Methode

Erscheinungsdatum: 2008

Anwendungsbereich: Analyse von metallischen Elementen in wässrigen Lösungen, die zur Detektion von Verunreinigungen nach der WO<sub>3</sub>-Auflösung verwendet werden können.

#### Hauptinhalt:

W-Gehalt: Wellenlänge 207,911 nm.

Nachweisgrenze: 0,01 mg/L.

Assoziiert mit WO<sub>3</sub>: Wird indirekt zur Qualitätskontrolle von WO<sub>3</sub>-Produktionsabwässern verwendet.

## Internationale Normen in Bezug auf gelbes Wolframoxid (WO<sub>3</sub>).

### ASTM B922-20 Standardprüfverfahren für die spezifische Oberfläche von Metallpulvern

Erscheinungsdatum: 2020

Anwendungsbereich: Bestimmung der spezifischen Oberfläche von Metallpulvern und -oxiden (z.B. WO<sub>3</sub>).

#### Hauptinhalt:

Methode: BET (N<sub>2</sub>-Adsorption, 77 K).

Probenbedarf: 0,1-1 g, Entgasung bei 200° C, 4 h.

Messbereich: 0,1-1000 m<sup>2</sup>/g.

Assoziiert mit WO<sub>3</sub>: Wird zur Charakterisierung von WO<sub>3</sub>-Pulvern (5-10 m<sup>2</sup>/g in Mikrometern und 20-50 m<sup>2</sup>/g in Nanometern) verwendet.

### ISO 16962:2017 "Chemische Analyse von Oberflächen - Analyse von Metallbearbeitungsbeschichtungen auf Zink- und/oder Aluminiumbasis"

Erscheinungsdatum: 2017

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

**Anwendungen:** Oberflächenchemische Analyse zur Charakterisierung von WO<sub>3</sub> dünnen Schichten oder Beschichtungen.

**Hauptinhalt:**

Methode: XPS、AES、SIMS。

Parameter: W 4f Peak (35,5 eV und 37,6 eV).

**Assoziiert mit WO<sub>3</sub>:** Geeignet für die Oberflächenanalyse von WO<sub>3</sub>-Schichten wie z.B. elektrochromen Schichten.

**ISO 9277:2010 Bestimmung der spezifischen Oberfläche von Festkörpern - BET-Methode**

**Erscheinungsdatum:** 2010

**Anwendungsbereich:** Bestimmung der spezifischen Oberfläche von Feststoffen, einschließlich WO<sub>3</sub>.

**Hauptinhalt:**

Methode: N<sub>2</sub>-Adsorption, P/P<sub>0</sub> = 0,05-0,3.

Genauigkeit: ±5%.

**Korrelieren mit WO<sub>3</sub>:** Spezifischer Oberflächentest für standardisiertes WO<sub>3</sub>.

**ASTM E291-18 Standardprüfverfahren für die chemische Analyse von Wolfram**

**Erscheinungsdatum:** 2018

**Anwendungen:** Chemische Analyse von Wolfram und Oxiden (z.B. WO<sub>3</sub>).

**Hauptinhalt:**

WO<sub>3</sub> Inhalt: Gravimetrisch oder photometrisch.

Verunreinigung: Mo und Fe werden durch ICP bestimmt, und S wird durch die Verbrennungsmethode bestimmt.

**Assoziiert mit WO<sub>3</sub>:** Bietet eine international akzeptierte Analysemethode für WO<sub>3</sub>.

**ISO 11885:2007 《Wasserelemente - ICP-OES Definitive Metallelemente》**

**Erscheinungsdatum:** 2007

**Anwendungsbereich:** Analyse von Metallelementen in wässriger Lösung, geeignet für WO<sub>3</sub>-Produktionsabwässer.

**Hauptinhalt:**

W-Detektion: Wellenlänge 207,911 nm, Nachweisgrenze 0,01 mg/L.

**Verbunden mit WO<sub>3</sub>:** Umweltüberwachungsstandards.

**Anhang F: Glossar der Begriffe im Zusammenhang mit gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>).**

Glossar für gelbes Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) (Chinesisch, Englisch, Japanisch, Koreanisch)

**Der Grundname und die chemische Formel von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>).**

Chinesisch	Englisch	Japanisch	Koreanisch	Exegese
Gelbes	Gelbes Wolframtrioxid	黄色三酸化タングステ	황색 삼산화텅스텐	Betonung des gelben

**COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**

Wolframoxid		ン (Kiuro Sansanka Tangusuten)	(Hwangsaeck Samsanhwa Teongseuten)	Aussehens, gängige Industrieform
Wolframtrioxid	Wolframtrioxid	三酸化タングステン (Sansanka Tangusuten)	삼산화텨스텐 (Samsanhwa Teongseuten)	Ein allgemeiner Begriff, der sich nicht speziell auf Farbe bezieht
WO <sub>3</sub>	WO <sub>3</sub>	WO <sub>3</sub>	WO <sub>3</sub>	Chemische Formel, international anwendbar
Tungcre-Anhydrid	Wolframsäureanhydrid	タングステン酸無水物 (Tangusuten-san Musuimotsu)	텨스텐산 무수물 (Teongseuten-san Musumul)	Chemische Nomenklatur mit Schwerpunkt auf dem wasserfreien Zustand
Blaues Wolframoxid	Blaues Wolframoxid	Blaues Wolframoxid (Aoiro Sanka Tangusuten)	청색 산화텨스텐 (Cheongsaeck Sanhwa Teongseuten)	WO <sub>2.9</sub> , unreines WO <sub>3</sub> , teilweise reduziertes Produkt
<b>HERGESTELLT VON:CTIA GROUP</b>				

### Chemische Eigenschaften von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>).

Chinesisch	Englisch	Japanisch	Koreanisch	Exegese
Oxidationsstufe	Oxidationsstufe	酸化状態 (Furcht vor Jōtai)	산화 상태 (Sanhwa Sangtae)	W in WO <sub>3</sub> ist +6 Valenz
Stabilität	Stabilität	安定性 (Antei-sei)	안정성 (Anjeongseong)	Stabil < 600 °C, Phasenwechsel bei hohen Temperaturen
Löslichkeit	Löslichkeit	溶解度 (Yōkaido)	용해도 (Yonghaedo)	Das Wasser ist leicht löslich und die Säure-Basen-Bedingungen ändern sich
Hydrolysierbarkeit	Hydrolyse	加水分解性 (Kasui Bunkai-sei)	가수분해성 (Gasubunhaeseong)	Erzeugung hoher Luftfeuchtigkeit WO <sub>3</sub> · H <sub>2</sub> O
Oxidation	Oxidierende Eigenschaft	酸化性 (Sanka-sei)	산화성 (Sanhwaseong)	Schwache Oxidation, verstärkte Photokatalyse

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Chemische Bindungen	Chemische Bindung	化学結合 (Kagaku Ketsugō)	화학 결합 (Hwahak Gyeolhap)	W-O、W=O 键, FTIR 可检测
Flüchtigkeit	Flüchtigkeit	揮発性 (Kihatsu-sei)	휘발성 (Hwibalseong)	Verflüchtigung > 1100°C zu WO <sub>29</sub>
Säure und Alkalität	Säure/ Alkalität	酸塩基性 (San Enki-sei)	산염기성 (San Yeomgiseong)	Amphotere Oxide, die mit Säuren und Basen reagieren können

**HERGESTELLT VON: CTIA GROUP**

### PHYSIKALISCHE EIGENSCHAFTEN VON GELBEM WOLFRAMOXID (WO<sub>3</sub>).

Chinesisch	Englisch	Japanisch	Koreanisch	Exegese
Aussehen	Aussehen	Außenbereich (Gaikan)	외관 (Oegwan)	Gelbes Pulver oder Folie
Dichte	Dichte	Dichte (Mitsudo)	밀도 (Mildo)	7,16 g/cm <sup>3</sup> (monokline Phase)
Schmelzpunkt	Schmelzpunkt	Schmelzpunkt (Yūten)	융점 (Yungjeom)	1473°C
Siedepunkt	Siedepunkt	Siedepunkt (Futen)	비점 (Bijeom)	>1700°C 分解
Verwandlung	Kristallstruktur	結晶構造 (Kesshō Kōzō)	결정 구조 (Gyeoljeong Gojo)	Monoklin, orthogonal, tetragonal
Teilchengröße	Teilchengröße	Partikelgröße (Ryūkei)	입자 크기 (Ipja Keugi)	微米级 1-20 μm, 纳米级 10-100 nm
Spezifische Oberfläche	Spezifische Oberfläche	比表面積 (Hi Hyōmen Seki)	비표면적 (Bipyomyeonjeok)	BET-Assay, hoch im Nanometerbereich
Bandabstand	Bandabstand	Bandlücke (Bando Gappu)	밴드 갭 (Gaep Baths)	2,6-2,8 eV
Härte	Härte	Härte (Kōdo)	경도 (Gyeongdo)	Mohs-Härte 4-5
Wärmeleitfähigkeit	Wärmeleitfähigkeit	Wärmeleitfähigkeit (Netsu Dendōritsu)	열전도율 (Yeoljeondoyul)	1,5-2,0 W/(m K)
Thermischer Ausdehnungskoeffizient	Thermischer Ausdehnungskoeffizient	熱膨張係数 (Netsu Bōchō Keisū)	열팽창 계수 (Yeolpaengchang Gyesu)	8,0 × 10 <sup>-6</sup> K <sup>-1</sup>

### Herstellungsverfahren für gelbes Wolframoxid (WO<sub>3</sub>).

Chinesisch	Englisch	Japanisch	Koreanisch	Exegese
Hydrothermales Verfahren	Hydrothermale Methode	水熱法 (Suinetu-hō)	수열 방법 (Suryeol Bangbeop)	Autoklav, Nano WO <sub>3</sub>
Thermische	Thermische Zersetzung	熱分解法 (Netsu Bōkai Hō)	열분해 방법 (Yeolbunhae Bangbeop)	AMT-System WO <sub>3</sub>

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Zersetzung		Bunkai-hō)	(Yeolbunhae Bangbeop)	
Rösten	Verkalkung	焼成 (Shōsei)	소성 (Soseong)	高温炉,500-600°C
Solvotherme Methode	Solvotherme Methode	溶媒熱法 (Yōbai Netsu-hō)	용매열 방법 (Yongmaeyeol Bangbeop)	Organische Lösungsmittel, hoher Druck
Aufdampfung	Aufdampfung	気相蒸着 (Kisō Jōchaku)	기상 증착 (Gisang Jeungchak)	CVD 或 PVD,薄膜制 备
Methode der sauren Fällung	Saure Ausfällung	酸沈殿法 (San Chinden-hō)	산 침전법 (San Chimjeonbeop)	Natriumwolframat plus saure Fällung
Ionenaustausch	Ionenaustausch	イオン交換 (Ion Kōkan)	이온 교환 (Ion Gyohwan)	Reinigung von Wolframatlösung
Mechanisches Legieren	Mechanisches Legieren	機械合金化 (kaikai gōkin-k)	기계 합금화 (Gigye Hapgeumhwa)	Aufbereitung von Verbundwerkstoffen
<b>HERGESTELLT VON:CTIA GROUP</b>				

### Chemische Reaktion von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>).

Chinesisch	Englisch	Japanisch	Koreanisch	Exegese
Reduktionsreaktion	Reduktionsreaktion	還元反応 (Kangen Hannō)	Reduktionsreaktion (Hwanwon Baneung)	$WO_3 + 3H_2 \rightarrow W + 3H_2O$
Alkalische Reaktionen	Alkalische Reaktion	アルカリ反応 (Arukari Hannō)	알칼리 반응 (Alkali Baneung)	$WO_3 + 2NaOH \rightarrow Na_2WO_4 + H_2O$
Saure Reaktion	Saure Reaktion	酸反応 (San Hannō)	산 반응 (San Baneung)	$WO_3 + 6HCl \rightarrow WCl_6 + 3H_2O$
Reaktion der Hydratation	Hydratations-Reaktion	水和反応 (Suiwa Hannō)	수화 반응 (Suwha Baneung)	$WO_3 + H_2O \rightarrow WO_3 \cdot H_2O$
<b>HERGESTELLT VON:CTIA GROUP</b>				

### Anwendungsgebiete von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>).

Chinesisch	Englisch	Japanisch	Koreanisch	Exegese
Photokatalysatoren	Photokatalysator	光触媒 (Hikari Chakurai)	광촉매 (Gwangchokmae)	Abbau von organischer Substanz
Elektrochrom	Elektrochromie	電気変色 (Denki Henshoku)	전기 변색 (Jeongi Byeonsaek)	Intelligente Fenster
Gassensoren	Gas-Sensor	Gassensor (Gasu Sensa)	가스 센서 (Gaseu Senseo)	Detektion von NO <sub>2</sub> , H <sub>2</sub>
Batterie- Materialien	Batteriematerial	電池材料 (Denchi Zairyō)	배터리 재료 (Baeteori Jaeryo)	Lithium-Batterie-Anode
Pigment	Pigment	顔料 (Ganryō)	안료 (Anryō)	Gelbe Farbe
Thermochrom	Thermochromie	熱変色 (Netsu)	열 변색 (Yeol)	Temperaturempfindliche

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

		Henshoku)	Byeonsaek)	Materialien
Antimikrobielle Beschichtung	Antibakterielle Beschichtung	抗菌コーティング (Kökin Kōtingu)	항균 코팅 (Hanggyun Koting)	Photokatalytisch antibakteriell
Katalysator-Träger	Catalyst-Unterstützung	触媒担体 (Shokubai Tantai)	13 (Chowkmaa Damche)	Chemische Katalyse

HERGESTELLT VON:CTIA GROUP

**Analysemethode für gelbes Wolframoxid (WO<sub>3</sub>).**

Chinesisch	Englisch	Japanisch	Koreanisch	Exegese
Röntgenbeugung	Röntgenbeugung (XRD)	X線回折 (Ekkususen Kaissetsu)	Sa-Cheon Hojeol)	Polymorph-Analyse
Fourier-Transformations-Infrarotspektroskopie	Fourier-Transformations-Infrarotspektroskopie (FTIR)	フーリエ変換赤外分光法 (fūrie henskan sekigai bunkō-hō)	푸리에 변환 적외선 분광법 (Purie Byeonhwan Jeokoesun Bungwangbeop)	Detektion chemischer Bindungen
Rasterelektronenmikroskopie	Rasterelektronenmikroskopie (REM)	走査電子顕微鏡 (Sōsa denshi kenbikyō)	주사 전자 현미경 (Jusa Jeonja Hyeonmigyeg)	Morphologische Beobachtung
Transmissionselektronenmikroskopie	Transmissionselektronenmikroskopie (TEM)	透過電子顕微鏡 (Tōka Denshi Kenbikyō)	투과 전자 현미경 (Tugwa Jeonja Hyeonmigyeg)	Nanostrukturen
Ultraviolett-sichtbare Spektroskopie	UV-sichtbare Spektroskopie (UV-Vis)	紫外可視分光法 (Shigai Kashin Bunkō-hō)	자외선-가시광선 분광법 (Jawoeseon-Gasigwangseon)	Bestimmung der Bandlücke

**COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**

			Bungwangbeop )	
BET-spezifische Oberflächenanalyse	BET-Oberflächenanalyse	BET 比表面積分析 (BET Hi Hyömen Seki Bunseki)	Bet 비표면적 분석 (Bet bisymogengeok bansak)	Spezifische Oberfläche
Röntgen-Photoelektronenspektroskopie	Röntgen-Photoelektronenspektroskopie (XPS)	X 線光電子分光法 (Ekkusen Kōdeshi Bunkōhō)	X 선 광전자 분광법 (X-seon Gwangjeonja Bungwangbeop )	Oberflächenchemie
Thermogravimetrische Analyse	Thermogravimetrische Analyse (TGA)	熱重量分析 (Netsu Jūryō Bunseki)	열중량 분석 (Yeoljungnyan g Bunseok)	Thermische Stabilität
<b>HERGESTELLT VON:CTIA GROUP</b>				

**Prozessparameter von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>).**

Chinesisch	Englisch	Japanisch	Koreanisch	Exegese
Reaktionstemperatur	Reaktionstemperatur	反応温度 (Hannō Ondo)	반응 온도 (Baneung Ondo)	水热法 180-200°C
Röstzeit	Kalzinierungszeit	焼成時間 (Shōsei Jikan)	소성 시간 (Soseong Sigan)	2-3 Stunden
Druck	Druck	压力 (Atsuryoku)	압력 (Amnyeok)	Wasserkocher 1-2 MPa
Ph	pH-Wert	pH-Wert (pH Chi)	pH 값 (pH-Lücken)	Saurer Niederschlag pH 1-2
Fest-Flüssig-Verhältnis	Fest-Flüssig-Verhältnis	固液比 (Koei-hi)	고액비 (Goaekbi)	Alkalische Laugung 1:3
<b>HERGESTELLT VON:CTIA GROUP</b>				

**Der Gerätenamen von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>).**

Chinesisch	Englisch	Japanisch	Koreanisch	Exegese
Hochdruckreaktor	Autoklav	高压反应釜 (Kōatsu Hannōgama)	고압 반응로 (Goap Baneungno)	Hydrothermale Ausrüstung

**COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**

Drehrohrofen	Drehrohrofen	回転窯 (Kaiten-yō)	회전 가마 (Hoejeon Gama)	Braten WO <sub>3</sub>
Umhüllen	Muffel-Ofen	マッフル炉 (Maffuru-ro)	머플로 (Meopeullo)	Thermische Zersetzung im Labor
Ionenaustauscher-Säulen	Ionenaustauscher-Säule	イオン交換カラム (Ion Kōkan Karamu)	이온 교환 컬럼 (Ion Gyohwan Keolleom)	Reinigen Sie die Lösung
Filterpresse	Filterpresse	圧濾機 (Atsuryoku-roki)	압착 여과기 (Aphchak Yeogwagi)	Entwässerung von Abfallresten
<b>HERGESTELLT VON:CTIA GROUP</b>				

### Vorläufer von gelbem Wolframoxid (WO<sub>3</sub>) und verwandten Verbindungen

Chinesisch	Englisch	Japanisch	Koreanisch	Exegese
Ammoniummetawolframat	Ammoniummetawolframat (AMT)	メタタングステン酸アンモニウム (Meta Tangusuten-san Anmoniumu)	메타텡스텐산 암모늄 (Metateongseuten-san Ammonyum)	WO <sub>3</sub> Wichtiger Vorläufer
Wolframsäure	Wolframsäure	タングステン酸 (Tangusuten-san)	텡스텐산 (Teongseuten-san)	H <sub>2</sub> WO <sub>4</sub> , gelber Niederschlag
Natriumwolframat	Natriumwolframat	タングステン酸ナトリウム (Tangusuten-san Natoriumu)	텡스텐산 나트륨 (Teongseuten-san Nateuryum)	Na <sub>2</sub> WO <sub>4</sub> , 碱浸产物
Wolfram-Pulver	Wolfram-Pulver	Wolframpulver (Tangusuten Funmatsu)	텡스텐 분말 (Teongseuten Bunmal)	WO <sub>3</sub> Reduktionsprodukt
Wolfram-Konzentrat	Wolfram-Konzentrat	タングステン精 鉬 (Tangusuten Seikō)	텡스텐 정광 (Teongseuten Jeonggwang)	WO <sub>3</sub> Gehalt 50%-70%
<b>HERGESTELLT VON:CTIA GROUP</b>				

### SICHERHEIT UND UMWELT VON GELBEM WOLFRAMOXID (WO<sub>3</sub>).

Chinesisch	Englisch	Japanisch	Koreanisch	Exegese
Toxizität	Toxizität	Toxizität	독성	LD <sub>50</sub> >2000 mg/kg

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

		(Dokusei)	(Dokseong)	
Grenzwerte für die Exposition am Arbeitsplatz	Grenzwert für die Exposition am Arbeitsplatz	職業暴露限界 (Shokugyō bakuro genkai)	직업 노출 한계 (Jigeop Nochul Hangye)	3 mg/m <sup>3</sup> (chinesischer Standard)
Ökotoxizität	Ökotoxizität	生態毒性 (Seitai Dokusei)	생태 독성 (Saengtae Dokseong)	LC <sub>50</sub> >100 mg/L
Abgasnachbehandlung	Abgasnachbehandlung	排ガス処理 (Hai Gasu Shorey)	배기가스 처리 (Begigaseu Chiori)	NH <sub>3</sub> -Aufnahme
Entsorgung von flüssigen Abfällen	Abwasseraufbereitung	廢液處理 (Körper mit hoher Einheit)	폐액 처리 (Pyeaek Cheori)	Niederschlagsrückgewinnung mit W
Schutzhandschuhe	Schutzhandschuhe	保護手袋 (Hogo Tegbukuro)	보호 장갑 (Boho Janggap)	Nitril-Werkstoff
Abzug	Abzug	Zughaube (Dorafuto Chanbā)	흡 후드 (Hyum Hudeu)	Staub-Betrieb
<b>HERGESTELLT VON:CTIA GROUP</b>				

### Der Branchenbegriff für gelbes Wolframoxid (WO<sub>3</sub>).

Chinesisch	Englisch	Japanisch	Koreanisch	Exegese
Kette der Wolframindustrie	Wolfram-Industriekette	Wolfram-Industriekette (tangusuten sangyō chēn)	텅스텐 산업 체인 (Teongseuten Saneop Chein)	Erz zum Arbeiten
Hohe Reinheit	Hohe Reinheit	高純度 (Kōjundo)	고순도 (Gosundo)	WO <sub>3</sub> >99,9 %
Nanomaterialien	Nanomaterial	나노 재료 (Nano Zairyō)	나노 재료 (kleine Kanister)	<100 nm
Umweltfreundliche Fertigung	Umweltfreundliche Fertigung	グリーン製造 (Gurīn Seizō)	녹색 제조 (Noksaek Jejo)	Umweltfreundliches Verfahren
<b>HERGESTELLT VON:CTIA GROUP</b>				

### CTIA-GRUPPE

### Wolframtrioxid (Gelbes Wolfram, WO<sub>3</sub>, Gelbes Wolframtrioxid, YTO) Einführung

#### 1. Überblick über Wolframtrioxid

CTIA GROUP Wolframtrioxid (als gelbes Wolfram bezeichnet, WO<sub>3</sub>) wird durch Ammoniumparawolframat-Hochtemperaturkalzinierungsverfahren hergestellt, das die Anforderungen von GB / T 3457-2013 "Wolframoxid" erstklassiges Produkt erfüllt. Gelbes Wolfram wird aufgrund seiner hellgelben Kristallpulverform, seiner hohen Reinheit und chemischen Stabilität häufig bei der Herstellung von Wolframpulver, Hartmetall, Wolframdraht und

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Keramikfarbstoffen verwendet. Die CTIA GROUP hat es sich zur Aufgabe gemacht, hochwertige gelbe Wolframprodukte anzubieten, um die Anforderungen der Pulvermetallurgie und der industriellen Fertigung zu erfüllen.

## 2. Eigenschaften von Wolframtrioxid

Chemische Zusammensetzung:  $WO_3$ .

Reinheit:  $\geq 99,95\%$  mit sehr geringem Gehalt an Verunreinigungen.

Aussehen: Hellgelbes Kristallpulver, einheitliche Farbe.

Polymorph: monokline (am häufigsten bei Raumtemperatur), Raumgruppe P21/n.

Hohe Stabilität: stabil an der Luft, unlöslich in Wasser und anorganischen Säuren außer Flusssäure.

Reaktivität: Es kann durch Wasserstoff ( $>650^\circ C$ ) oder Kohlenstoff ( $1000-1100^\circ C$ ) zu Wolframpulver reduziert werden.

Gleichmäßigkeit: Gleichmäßige Partikelverteilung, geeignet für die nachgelagerte Verarbeitung.

## 3. Spezifikationen von Wolframtrioxid

Index	CTIA GROUP Gelbes Wolfram Standard der ersten Klasse
$WO_3$ -Gehalt (Gew.-%)	$99,95 \geq$
Unreinheit (Gew.-%, max.)	$Fe \leq 0.0010, Mo \leq 0.0020, Si \leq 0.0010, Al \leq 0.0005, Ca \leq 0.0010, Mg \leq 0.0005, K \leq 0.0010, Na \leq 0.0010, S \leq 0.0005, P \leq 0.0005$
Feuchtigkeit (Gew.-%)	$0,05 \leq$
Teilchengröße	1-10 ( $\mu m$ , FSSS)
Lose Dichte	2,0-2,5 ( $g/cm^3$ )
Anpassung	Partikelgrößen- oder Verunreinigungsgrenzen können je nach Kundenwunsch angepasst werden

## 4. Wolframtrioxid-Verpackung und Garantie

Verpackung: Innere versiegelte Plastiktüte, äußere Eisentrommel oder gewebte Tasche, Nettogewicht 50 kg oder 100 kg, feuchtigkeitsbeständiges Design.

Garantie: Jede Charge wird mit einem Qualitätszertifikat geliefert, das den  $WO_3$ -Gehalt, die Verunreinigungsanalyse, die Partikelgröße (FSSS-Methode), die Losdichte und die Feuchtigkeitsdaten enthält.

## 5. Informationen zur Beschaffung von Wolframtrioxid

E-Mail: [sales@chinatungsten.com](mailto:sales@chinatungsten.com) Tel: +86 592 5129696

Weitere Informationen zu gelbem Wolfram finden Sie unter China Tungsten Online [www.tungsten-powder.com](http://www.tungsten-powder.com)

### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT



**COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**

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

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