



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

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

Guide complet sur l'oxyde de tungstène nano de haute pureté

中钨智造科技有限公司

CTIA GROUP LTD

CTIA GROUP LTD

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

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

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

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

PRÉSENTATION DU GROUPE CTIA

CTIA GROUP LTD, filiale à 100 % dotée d'une personnalité juridique indépendante et créée par CHINATUNGSTEN ONLINE, se consacre à la promotion de la conception et de la fabrication intelligentes, intégrées et flexibles de matériaux en tungstène et en molybdène à l'ère de l'Internet industriel. Fondée en 1997 avec www.chinatungsten.com comme point de départ – le premier site web chinois de produits en tungstène de premier plan –, CHINATUNGSTEN ONLINE est une entreprise pionnière du e-commerce en Chine, spécialisée dans les industries du tungstène, du molybdène et des terres rares. Fort de près de trois décennies d'expérience approfondie dans les domaines du tungstène et du molybdène, CTIA GROUP hérite des capacités exceptionnelles de conception et de fabrication de sa société mère, de ses services de qualité supérieure et de sa réputation commerciale mondiale, devenant ainsi un fournisseur de solutions d'application complètes dans les domaines des produits chimiques à base de tungstène, des métaux tungstène, des carbures cémentés, des alliages haute densité, du molybdène et de ses alliages.

Au cours des 30 dernières années, CHINATUNGSTEN ONLINE a créé plus de 200 sites web professionnels multilingues sur le tungstène et le molybdène, couvrant plus de 20 langues, avec plus d'un million de pages d'actualités, de prix et d'analyses de marché liées au tungstène, au molybdène et aux terres rares. Depuis 2013, son compte officiel WeChat « CHINATUNGSTEN ONLINE » a publié plus de 40 000 informations, alimentant près de 100 000 abonnés et fournissant quotidiennement des informations gratuites à des centaines de milliers de professionnels du secteur dans le monde entier. Avec des milliards de visites cumulées sur son site web et son compte officiel, CHINATUNGSTEN ONLINE est devenu une plateforme d'information mondiale reconnue et faisant autorité pour les industries du tungstène, du molybdène et des terres rares, fournissant 24 h/24 et 7 j/7 des informations multilingues, des informations sur les performances des produits, les prix et les tendances du marché.

S'appuyant sur la technologie et l'expérience de CHINATUNGSTEN ONLINE, CTIA GROUP s'attache à répondre aux besoins personnalisés de ses clients. Grâce à l'IA, CTIA GROUP conçoit et fabrique en collaboration avec ses clients des produits en tungstène et en molybdène présentant des compositions chimiques et des propriétés physiques spécifiques (telles que la granulométrie, la densité, la dureté, la résistance, les dimensions et les tolérances). L'entreprise propose des services intégrés complets, allant de l'ouverture du moule à la production d'essai, en passant par la finition, l'emballage et la logistique. Au cours des 30 dernières années, CHINATUNGSTEN ONLINE a fourni des services de R&D, de conception et de production pour plus de 500 000 types de produits en tungstène et en molybdène à plus de 130 000 clients dans le monde, posant ainsi les bases d'une fabrication personnalisée, flexible et intelligente. Fort de ce socle, CTIA GROUP approfondit la fabrication intelligente et l'innovation intégrée des matériaux en tungstène et en molybdène à l'ère de l'Internet industriel.

Forts de plus de 30 ans d'expérience dans le secteur, le Dr Hanns et son équipe de CTIA GROUP ont également rédigé et publié des analyses de connaissances, de technologies, de prix et de tendances du marché du tungstène, du molybdène et des terres rares, qu'ils partagent librement avec l'industrie du tungstène. Fort de plus de 30 ans d'expérience depuis les années 1990 dans le commerce électronique et le commerce international de produits en tungstène et en molybdène, ainsi que dans la conception et la fabrication de carbures cémentés et d'alliages haute densité, le Dr Han est un expert reconnu des produits en tungstène et en molybdène, tant au niveau national qu'international. Fidèle à sa volonté de fournir des informations professionnelles et de qualité à l'industrie, l'équipe de CTIA GROUP rédige régulièrement des articles de recherche technique, des articles et des rapports sectoriels basés sur les pratiques de production et les besoins des clients, ce qui lui vaut une large reconnaissance au sein du secteur. Ces réalisations apportent un soutien solide à l'innovation technologique, à la promotion des produits et aux échanges industriels du CTIA GROUP, le propulsant pour devenir un leader mondial dans la fabrication de produits en tungstène et en molybdène et dans les services d'information.



COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

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

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



Contenu

Préface

Objectif et public cible

Importance de la recherche et de l'application de l'oxyde de nano-tungstène de haute pureté

Guide de structure et d'utilisation du livre

Abréviations et symboles

Abréviations couramment utilisées (telles que $WO_{2.9}$, BTO, APT)

Symboles et unités physiques et chimiques

Chapitre 1 Introduction

1.1 Histoire et découverte de l'oxyde de tungstène nanométrique de haute pureté

1.2 Classification de l'oxyde de tungstène non stoechiométrique (WO_3 , $WO_{2.9}$, $WO_{2.72}$, WO_2)

1.3 Le statut de l'oxyde de tungstène nanométrique de haute pureté dans la chaîne industrielle du tungstène
1.4 État actuel et tendances de la recherche et de l'application
1.5 Portée et objectifs de ce livre

Chapitre 2 Propriétés de base de l'oxyde de nano-tungstène de haute pureté

2.1 Composition chimique et propriétés non stoechiométriques

2.1.1 Formule chimique et rapport oxygène-tungstène

Plage de teneur en $WO_{2.9}$ et en oxygène (19,0-19,5 % en poids)

Comparaison avec WO_3 , $WO_{2.72}$, WO_2

2.1.2 Mécanisme de formation du rapport non stoechiométrique

Génération et stabilité des lacunes d'oxygène

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Effets des écarts stoechiométriques sur les performances

2.1.3 Contrôle des impuretés et de la pureté

Sources d'impuretés courantes (Fe, Mo, Si)

Structure cristalline et mécanisme de défaut d'oxygène

2.2.1 Type de structure cristalline

Caractéristiques structurales de la phase monoclinique ($P2_1/n$)

Différences structurales par rapport au WO_3

2.2.2 Distribution microscopique des lacunes d'oxygène

Types de défauts ponctuels et de défauts de surface

Calcul de la densité de lacunes d'oxygène ($10^{19} - 10^{21} \text{ cm}^{-3}$)

2.2.3 Méthodes de caractérisation structurale

Analyse des pics caractéristiques des spectres XRD et Raman

Relation entre les paramètres du réseau et les défauts

2.2.4 Stabilité thermique et changement de phase

Effet de la température sur la structure cristalline (stable à $< 600^\circ\text{C}$)

2.3 Propriétés physiques des transitions de phase lors de l'oxydation et de la réduction

2.3.1 Énergie de la bande interdite

Plage de bande interdite de $WO_{2.9}$ (2,4-2,8 eV)

Mécanisme de régulation des défauts d'oxygène sur la bande interdite

Absorption caractéristique des spectres UV-Vis

2.3.2 Surface spécifique et granulométrie

m^2/g à l'échelle micronique (10-50 μm) et nanométrique (50-100 nm)

Effet de la distribution granulométrique sur les performances

2.3.3 Caractéristiques morphologiques

Morphologies courantes (nanoparticules, nanobâtonnets, films minces)

Thermodynamique et cinétique de la formation de la morphologie

2.3.4 Propriétés optiques

Cause de la couleur (bleu foncé)

Propriétés d'absorption et de réflexion de la lumière

2.3.5 Propriétés thermiques et mécaniques

Conductivité thermique et coefficient de dilatation thermique

2.4 Résistance mécanique des nanostructures

2.4.1 État d'oxydation et réactivité

États d'oxydation mixtes de W^{5+} / W^{6+}

Réactivité avec O_2 et H_2

2.4.2 Chimie de surface et sites actifs

Effet catalytique des défauts d'oxygène de surface

Performances d'adsorption (H_2O , CO_2 , NO_2)

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

2.4.3 Conductivité et propriétés électrochimiques

Plage de conductivité (10^{-3} - 10^{-2} S/cm)

Transfert d'électrons dans les réactions électrochimiques

2.4.4 Résistance à la corrosion et stabilité

Stabilité dans les environnements acides et alcalins

Risque d'oxydation lors du stockage à long terme

2.5 Effets nanométriques sur les performances

2.5.1 Base physique de l'effet de taille

Confinement quantique et effets de surface

Régulation de la bande interdite par taille nanométrique

2.5.2 Mécanisme d'amélioration des performances

Efficacité photocatalytique améliorée ($> 400 \mu\text{mol} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{h}^{-1}$)

Optimisation des performances électrochromiques et de stockage d'énergie

2.5.3 Défis de la nano-échelle

Problèmes d'agglomération et de dispersion

L'équilibre entre préparation et application

Chapitre 3 Technologie de préparation de l'oxyde de nano-tungstène de haute pureté

3.1 Classification et aperçu des méthodes de préparation

3.2 Méthode en phase gazeuse (CVD, PVD)

3.2.1 Principes et paramètres du processus

3.2.2 Avantages et inconvénients et scénarios d'application

3.3 Méthode en phase liquide (méthode hydrothermale, méthode solvothermale, réduction électrochimique)

3.3.1 Explication détaillée du processus hydrothermal

3.3.2 Contrôle de la morphologie par méthode solvothermale

3.3.3 Avantages écologiques de la réduction électrochimique

3.4 Méthode en phase solide (réduction de l'hydrogène, plasma amélioré)

3.4.1 Optimisation du processus de réduction de l'hydrogène

3.4.2 Synthèse rapide assistée par plasma

3.5 Défis et solutions de la nanotechnologie 3.6 Comparaison entre la préparation en laboratoire et la préparation industrielle

Chapitre 4 Détection et caractérisation de l'oxyde de nano-tungstène de haute pureté

4.1 Aperçu de la technologie de détection

4.2 Analyse de la composition chimique (XRF, ICP-MS, détermination de la teneur en oxygène)

4.3 Caractérisation de la structure cristalline (DRX, spectroscopie Raman) 4.4 Analyse de la

morphologie et de la granulométrie (MEB, MET, granulomètre) 4.5 Test des propriétés physiques

(BET, UV-Vis, conductivité) 4.6 Normes et processus de contrôle qualité

4.7 Problèmes courants et solutions

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Chapitre 5 Technologie de production d'oxyde de nano-tungstène de haute pureté

5.1 Production à l'échelle du laboratoire (5 g, procédé au four tubulaire)

5.1.1 Déroulement du processus et paramètres

5.1.2 Exigences en matière d'équipement et d'instruments

5.2 Production à l'échelle industrielle (100 kg/lot, procédé au four rotatif)

5.2.1 Conception et déroulement du processus

Principe du processus et mécanisme de réaction

Aperçu du processus et disposition de l'équipement

5.2.2 Optimisation des paramètres du processus

Contrôle de la température (650-750°C)

Débit et rapport d'hydrogène (5-10 m³/h)

Vitesse du four et temps de séjour (1-2 tr/min, 4-6 h)

Réglage du débit d'alimentation (50-100 kg/h)

Surveillance et rétroaction en temps réel

5.2.3 Systèmes d'automatisation et de contrôle

Intégration et fonctionnalité du système PLC

Configuration du capteur (température, débit, pression)

Fonctionnement à distance et enregistrement des données

5.2.4 Gestion et optimisation de la consommation énergétique

Estimation de la consommation d'énergie (2-3 kWh/kg)

Récupération de chaleur perdue et sélection énergétique

Optimisation de l'isolation et amélioration de l'efficacité

5.2.5 Cohérence des lots et contrôle de la qualité

Mesures de cohérence

5.3 Processus d'inspection de la qualité et gestion des exceptions 5.3

Sélection des matières premières et prétraitement

5.3.1 Types et exigences en matière de matières premières

Spécifications APT et WO₃

Source et recyclage

5.3.2 Processus de prétraitement

Concassage et criblage

Préchauffer pour éliminer l'eau et le NH₃

Normes d'inspection de la qualité

5.3.3 Stockage et transport

Conditions de stockage (fermé, à l'abri de l'humidité)

5.4 Traitement des gaz résiduels et des sous-produits

5.4.1 Composition et sources des gaz d'échappement

NH₃, vapeur d'eau, H₂ résiduel

5.4.2 Processus de traitement

Absorption par tour de pulvérisation (2 M NaOH)

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Adsorption sur charbon actif et contrôle des émissions

5.4.3 Récupération et utilisation des sous-produits

Recyclage du NH_3 pour la production d'engrais

Recyclage des matériaux résiduels de tungstène

5.4.4 Normes et surveillance environnementales

Limite d'émission ($\text{NH}_3 < 10$ ppm)

5.5 Exigences en matière de sécurité de production et de protection de l'environnement pour le système de surveillance en ligne

5.5.1 Mesures de sécurité

Plan de prévention et d'urgence des fuites d' H_2

Équipements antidéflagrants et systèmes de protection contre l'incendie

5.5.2 Normes de protection de l'environnement

Objectifs en matière d'émissions de carbone et de consommation d'énergie

Tri et traitement des déchets

5.5.3 Formation du personnel et procédures opérationnelles

Contenu de la formation à la sécurité

Manuel d'exploitation et exigences en matière d'enregistrement

5.6 Analyse des coûts et évaluation économique

5.6.1 Structure des coûts

Coût des matières premières (APT/ WO_3)

Amortissement de l'énergie et des équipements

Coûts de main-d'œuvre et d'entretien

5.6.2 Évaluation économique

Coût estimé par kg (40-50 USD)

Effet d'échelle et analyse des bénéfices

5.6.3 Stratégie d'optimisation

Réduire la consommation d'énergie et de matières premières

Améliorer la productivité et l'automatisation

Chapitre 6 Domaines d'application de l'oxyde de tungstène nanométrique de haute pureté

6.1 Applications photocatalytiques (décomposition de l'eau, contrôle de la pollution)

6.1.1 Mécanisme photocatalytique

6.1.2 Stratégie d'optimisation des performances

6.1.3 Données sur l'efficacité de la production d'hydrogène et le taux de dégradation

6.1.4 Cas réels et applications industrielles

6.2 Applications électrochromiques (fenêtres intelligentes, écrans)

6.2.1 Principe électrochrome

6.2.2 Conception et performances de l'appareil

6.2.3 Optimisation du taux de modulation et du temps de réponse

6.2.4 Dispositifs électrochromes flexibles

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

6.3 Applications de stockage d'énergie (supercondensateurs, batteries lithium-ion)

6.3.1 Mécanisme de stockage d'énergie et avantages

Les principes de base du stockage d'énergie électrochimique

nano-WO_{2.9} de haute pureté (surface spécifique élevée, défauts d'oxygène)

Comparaison avec les matériaux traditionnels (graphite, MnO₂)

6.3.2 Application des supercondensateurs

6.3.2.1 Principes de base des supercondensateurs

Mécanisme à double couche et pseudocapacité

WO_{2.9} (haute conductivité, activité de surface)

6.3.2.2 Conception du matériau des électrodes

Préparation d'une électrode en WO_{2.9} pur

Composite avec des matériaux en carbone (CNT, graphène)

Contrôle de la morphologie (nanoparticules, nanofils)

6.3.2.3 Paramètres de performance

Capacité spécifique (500-700 F/g)

Stabilité du cyclisme (> 10⁴ fois)

Puissance et densité énergétique (40-50 Wh /kg)

6.3.2.4 Stratégie d'optimisation

Modification du dopage (éléments N, S)

Sélection des électrolytes (aqueux ou organiques)

Applications flexibles des supercondensateurs

6.3.2.5 Cas d'industrialisation

Processus de production de masse de supercondensateurs

Scénarios d'application (véhicules électriques, stations de stockage d'énergie)

6.3.3 Applications des batteries lithium-ion

6.3.3.1 Principe de fonctionnement des batteries lithium-ion

Mécanisme d'insertion du lithium et rôle du WO_{2.9}

Compatibilité des électrodes négatives et positives

6.3.3.2 Conception du matériau des électrodes

Synthèse de WO_{2.9} comme matériau d'électrode négative

Stratégie composite avec Si et C

Effet de la nanostructure sur les performances d'insertion du lithium

6.3.3.3 Paramètres de performance

Capacité spécifique (200-300 mAh /g)

Cycle de vie (500 à 1000 fois)

Efficacité de charge et de décharge (> 95 %)

6.3.3.4 Stratégie d'optimisation

Revêtement de surface (couche de carbone, polymère)

Correspondance des électrolytes et additifs

Amélioration des performances à haut débit

6.3.3.5 Cas d'industrialisation

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

- Application du WO_{2.9} dans la production de batteries au lithium
- Cas des véhicules à énergie nouvelle et des appareils portables
- 6.3.4 Autres systèmes de stockage d'énergie
- Potentiel des batteries sodium-ion
- Compatibilité des batteries à l'état solide avec WO_{2.9}
- Orientation future du développement (haute densité énergétique, charge rapide)
- 6.4 Capteur de gaz (détection NO₂, H₂S)
- 6.4.1 Mécanisme de détection
- 6.4.2 Sensibilité et sélectivité
- 6.4.3 Avantages de la détection des nanostructures
- 6.4.4 Cas d'application pratique
- 6.5 Applications antibactériennes et biomédicales
- 6.5.1 Principe de stérilisation photocatalytique
- 6.5.2 Revêtements et dispositifs médicaux
- 6.5.3 Efficacité et sécurité des antimicrobiens
- 6.5.4 Recherche sur la biocompatibilité
- 6.6 Électronique flexible et domaines émergents
- Préparation de WO₂ sur substrats flexibles
- 6.6.2 Applications pour appareils portables
- 6.6.3 Domaines émergents (dispositifs quantiques, matériaux d'IA)

Chapitre 7 Défis et développement futur de l'oxyde de nano-tungstène de haute pureté

- 7.1 Défis techniques (contrôle de la morphologie, stabilité, coût)
- 7.2 Production verte et durabilité
- 7.3 Tendances en matière d'intelligence et d'automatisation
- 7.4 Potentiel d'application émergent (conception de matériaux IA, dispositifs quantiques)
- 7.5 Orientations et perspectives de recherche futures

Chapitre 8 Analyse de cas et guide pratique

- 8.1 Cas de préparation en laboratoire (nanorodés et films)
- 8.2 Cas de production industrielle (optimisation de 100 kg/lot)
- 8.3 Cas d'application (photocatalyseurs, fenêtres électrochromes)
- 8.4 Dépannage et amélioration des procédés
- 8.5 Guide de formation pour les praticiens

Chapitre 9 : Plusieurs problèmes de technologie de production d'oxyde de nano-tungstène de haute pureté (catalogue détaillé)

9.1 Comment contrôler la pureté lors de la préparation d'oxyde de tungstène nano de haute pureté ?

- 9.1.1 Principes et exigences du contrôle de la pureté
- 9.1.2 Principaux facteurs affectant la pureté (matières premières, procédé, équipement)
- 9.1.3 Technologie de préparation de haute pureté (méthode chimique humide, méthode en phase gazeuse)

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

9.1.4 Méthodes de test et de vérification de la pureté

9.2 Comment préparer de l'oxyde de tungstène nano de très haute pureté ?

9.2.1 Définition et exigences d'application de l'ultra-haute pureté (> 99,999 %)

9.2.2 Défis de la préparation de produits de très haute pureté (traces d'impuretés, contrôle environnemental)

9.2.3 Technologie d'ultrapurification (échange d'ions, purification par distillation)

9.2.4 Analyse de cas : Pratique de préparation de WO_{2.9} ultra-pur

9.3 Comment éliminer les impuretés telles que le Fe dans l'oxyde de tungstène nano de haute pureté ?

9.3.1 Sources et effets des impuretés telles que Fe

9.3.2 Méthodes chimiques et physiques pour l'élimination des impuretés

9.3.3 Stratégie d'optimisation du processus et de contrôle des impuretés

9.3.4 Méthodes de détection et d'évaluation de la teneur en Fe

9.4 Comment obtenir des nanoparticules lors de la préparation d'oxyde de nano-tungstène de haute pureté ?

9.4.1 Mécanisme de formation des nanoparticules

9.4.2 Facteurs clés affectant la nanocristallisation (nucléation, croissance)

9.4.3 Technologie de préparation des nanoparticules (méthode hydrothermale, méthode solvothermale)

9.4.4 Caractérisation et optimisation des nanoparticules

9.5 Comment préparer une suspension de dispersion d'oxyde de nano-tungstène de haute pureté ?

9.5.1 Propriétés et applications des boues de dispersion

9.5.2 Problèmes d'agglomération et de stabilité lors de la dispersion

9.5.3 Technologie de dispersion (ultrasons, modification de surface)

9.5.4 Cas de préparation de la dispersion et contrôle qualité

9.6 Comment préparer des particules d'oxyde de tungstène nano de haute pureté ?

9.6.1 Définition et utilisation des pellets

9.6.2 Contrôle de la taille et de la morphologie des particules dans la préparation des granulés

9.6.3 Technologie de granulation (séchage par atomisation, lyophilisation)

9.6.4 Essais de performance et application des granulés

9.7 Comment revêtir des matériaux en oxyde de tungstène nano de haute pureté ?

9.7.1 Principes de base de la technologie des revêtements

9.7.2 Problèmes d'uniformité et d'adhérence lors du revêtement

9.7.3 Méthode de revêtement (revêtement par pulvérisation, revêtement par centrifugation, rouleau à rouleau)

9.7.4 Optimisation du processus de revêtement et cas d'application industrielle

appendice

Annexe A : Glossaire des termes relatifs à l'oxyde de nano-tungstène de haute pureté

Prise en charge multilingue en chinois, anglais, japonais, coréen et allemand

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Annexe B : Plan expérimental pour la préparation d'oxyde de nano-tungstène de haute pureté

Procédure de laboratoire (échelle 5 g, four tubulaire)

Procédé industriel (100 kg/lot, four rotatif)

Annexe C : Liste des brevets relatifs à l'oxyde de nano-tungstène de haute pureté

Numéro de brevet, titre, résumé

Annexe D : Liste des normes relatives à l'oxyde de nano-tungstène de haute pureté

Comparaison avec les normes chinoises, japonaises, allemandes, russes, coréennes et internationales

Annexe E : Références sur l'oxyde de tungstène nanométrique de haute pureté

Articles universitaires (40 articles)

Brevets (10 articles)

Annexe F : Liste des équipements et instruments nécessaires à la production d'oxyde de nano-tungstène de haute pureté

Équipements de laboratoire et industriels

Annexe G : Base de données sur la morphologie et les performances de l'oxyde de nano-tungstène de haute pureté

Données de performance de différentes formes

Annexe H : Foire aux questions (FAQ)

Questions et réponses sur la préparation, les tests et l'application

CTIA GROUP LTD High Purity Nano Tungsten Oxide

Nano Tungsten Oxide produced by CTIA GROUP LTD has a purity of $\geq 99.9\%$ and a particle size of 10-100 nm. It has excellent photocatalytic, electrochromic and thermal shielding properties and is a yellow (WO_3), blue ($WO_{2.9}$) or purple ($WO_{2.72}$) powder.

High Purity Nano Tungsten Oxide

Project	Details	
Product Specifications	Purity: $\geq 99.9\%$ (optional 99.95%, 99.99%, 99.999%); Particle size: 10-100 nm (customizable); Specific surface area: 20-50 m ² / g	
Performance characteristics	High purity (impurities <10 ppm); band gap 2.4-2.8 eV (WO_3), infrared blocking >90% ($WO_{2.9}$); photocatalytic hydrogen production rate 450 $\mu\text{mol}\cdot\text{g}^{-1}\cdot\text{h}^{-1}$; transmittance change >80%, response <5 s	
Application Areas	Photocatalysis; electrochromism (smart windows); thermal shielding (energy-saving glass); gas sensors (NO_2 , NH_3); energy storage (batteries)	
Storage safety	Store in a cool and dry place, sealed and away from sunlight; avoid inhaling dust, wear a mask and gloves when operating, and dispose of waste in accordance with regulations	
Package	5 g, 25 g (laboratory), 1 kg, 25 kg (industrial)	
Order Quantity	Minimum order: 5g (laboratory)/1 kg (industrial); 3-5 days for delivery if in stock, 2-3 weeks for customization; worldwide delivery (DHL/FedEx).	
Advantages	For large orders, delivery period must be completed after the contract is signed, including application for dual-use item licenses.	
Advantages	30 years of professional experience, ISO 9001 RMI certification. Support flexible customization and fast response.	
Impurities	Limit value / ppm	illustrate
Iron	≤ 10	Affects conductivity and optical properties, requires pickling or magnetic separation control
Sodium	≤ 5	Source: Sodium tungstate, affects the lattice and electrochromic properties, removed by ion exchange
Molybdenum	≤ 10	Tungsten ore is associated with tungsten, which affects the catalytic activity and needs to be refined and purified
Silicon	≤ 5	Source quartz equipment, affects particle uniformity, requires high-purity equipment
Aluminum	≤ 5	Source container, affects thermal stability, needs to avoid contamination
Calcium	≤ 5	Affects the stability of the crystal phase and requires precursor purification
Magnesium	≤ 5	Reduce catalytic efficiency and need to be purified and removed

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Project	Details	
Copper	≤2	Affects the performance of electronic devices and requires ultra-high purity process control
Lead	≤2	Heavy metals affect safety and need to be strictly controlled
Carbon C	≤50	The source is organic matter or reduction, which affects the optical properties and needs to be removed by heat treatment
Sulfur	≤20	Originated from sulfuric acid, affects chemical stability and needs to be cleaned and removed
Chlorine	≤10	Source of chloride, affects purity, requires rinsing control

Procurement Information

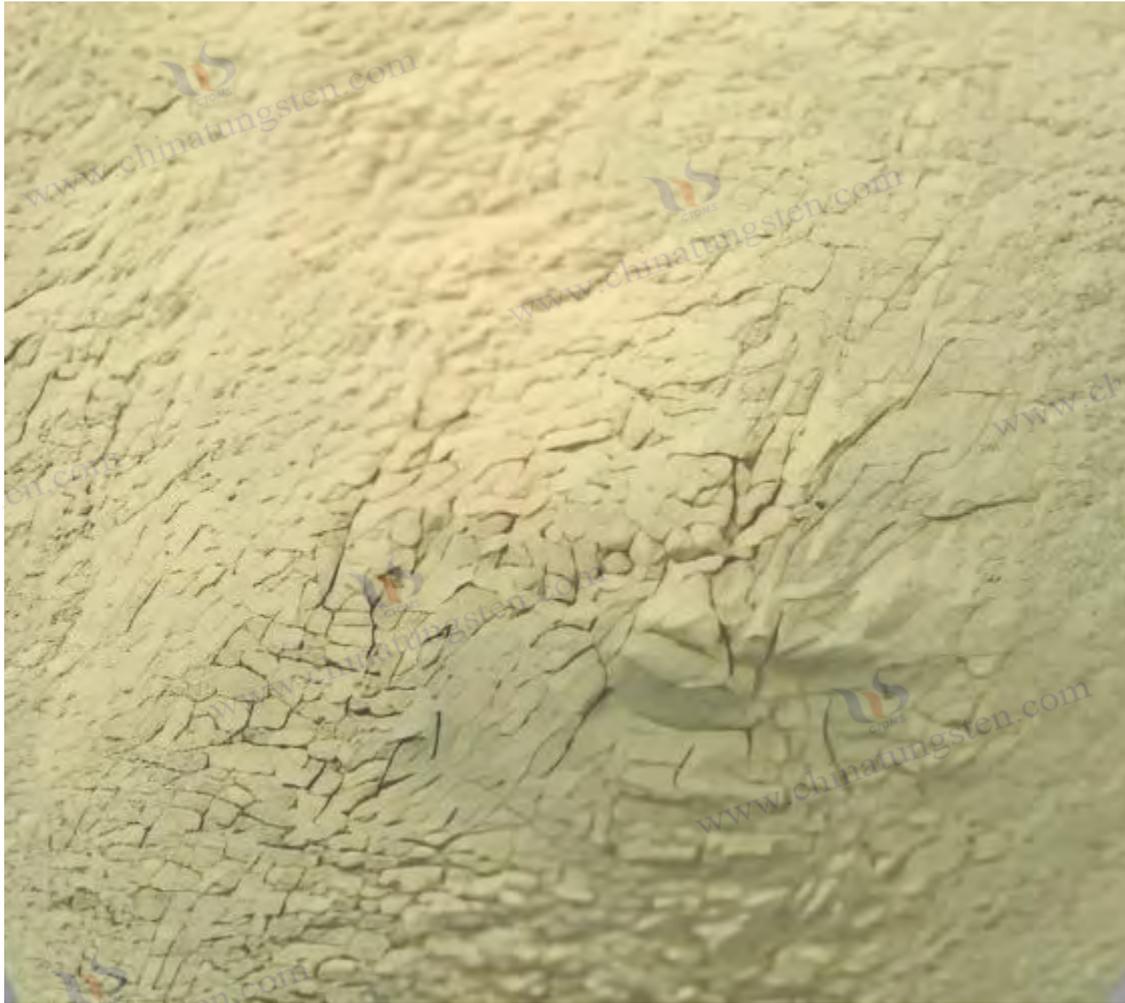
Tel: +86 592 5129696 Email: sales@chinatungsten.com

Website: <http://www.tungsten-powder.com>(product details, comments)

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

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

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



Chapitre 1 Introduction

1.1 Histoire et découverte de l'oxyde de nano-tungstène de haute pureté

L'oxyde de tungstène nanométrique de haute pureté, en particulier l'oxyde de tungstène bleu (BTO) représenté par $WO_{2.9}$, est un objet de recherche important en science des matériaux tungstène, et son histoire remonte à l'exploration chimique du XIXe siècle. En 1867, le chimiste britannique Henry Enfield Roscoe a été le premier à signaler la formation d'oxyde de tungstène bleu dans le laboratoire de la Royal Society de Londres. Il a observé la formation d'un composé bleu foncé en chauffant de l'acide tungstique (H_2WO_4) à environ 500 °C dans une atmosphère d'hydrogène (H_2), dont il a été confirmé ultérieurement qu'il s'agissait de $WO_{2.9}$ non stœchiométrique. Les enregistrements expérimentaux de Roscoe ont montré que la couleur du composé provenait de l'état d'oxydation mixte du tungstène (W^{5+} et W^{6+}), et ont initialement émis l'hypothèse de défauts d'oxygène dans sa structure. Son dispositif expérimental était simple, composé uniquement d'un tube de verre et d'un générateur d'hydrogène, mais cette découverte a non seulement révélé le polymorphisme de l'élément tungstène, mais a également jeté les bases de recherches ultérieures sur les oxydes de

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

tungstène.

Dès 1781, le chimiste suédois Carl Wilhelm Scheele découvrit le tungstène en décomposant la scheelite (CaWO_4), mais les recherches portaient alors sur l'extraction du tungstène métallique, et non sur sa forme oxydée. Scheele utilisa l'acide nitrique pour décomposer le minerai et obtenir un précipité d'acide tungstique jaune, procédé qui devint le prototype de l'hydrométallurgie moderne. Ce n'est qu'au milieu du XIXe siècle que l'étude des oxydes de tungstène se développa progressivement avec les progrès de l'analyse chimique. L'expérience de réduction de l'hydrogène de Roscoe marqua un tournant décisif, et sa méthode inspira la technologie de préparation industrielle ultérieure. Dans les années 1870, le chimiste allemand Robert Bunsen confirma ce procédé en utilisant un bec Bunsen pour chauffer l'acide tungstique et en enregistrant les conditions de formation de l'oxyde de tungstène bleu à différentes concentrations d'oxygène, la couleur bleue étant plus prononcée lorsque la concentration en oxygène était inférieure à 5 %. Ces premières études reposaient sur un fonctionnement manuel et la précision du contrôle de la température n'était que de ± 20 °C, mais elles ont fourni une inspiration précieuse pour le développement théorique de la chimie du tungstène.

Au début du XXe siècle, la recherche sur les oxydes de tungstène est passée du laboratoire à l'industrialisation. En 1905, le chimiste français Henri Moissan a utilisé un four à arc électrique pour réduire le trioxyde de tungstène (WO_3), a observé la génération stable de $\text{WO}_{2.9}$ à 500-600 °C et a enregistré la loi de son changement de couleur en fonction de la température (bleu à 600 °C, violet à 800 °C). Les travaux de Moissan ont été les premiers à lier les oxydes de tungstène à la technologie métallurgique. Il a suggéré que $\text{WO}_{2.9}$ pourrait être un intermédiaire dans la production de poudre de tungstène. Cette idée a été vérifiée dans les années 1920, lorsque General Electric a commencé à utiliser $\text{WO}_{2.9}$ pour préparer des filaments de tungstène destinés à la production de lampes à incandescence. À cette époque, le $\text{WO}_{2.9}$ présentait une grande granulométrie (environ 20 à 50 μm) et une pureté d'environ 97 à 98 %, limitée par le chauffage inefficace des fours à lit fixe (consommation d'énergie de 6 à 8 kWh/kg). Moissan a également testé la stabilité du $\text{WO}_{2.9}$ en milieu acide et a constaté que son taux de dissolution était inférieur à 0,1 g/L à $\text{pH} < 2$, ce qui apporte un soutien théorique à son application industrielle.

La Seconde Guerre mondiale a vu la demande de matériaux s'accroître, mettant en évidence la valeur industrielle de l'oxyde de tungstène bleu. Dans les années 1940, l'American Tungsten Corporation a développé un four de réduction continue, augmentant le rendement de production de $\text{WO}_{2.9}$ d'environ 30 % et sa pureté à 99 %. Le procédé consiste à réduire WO_3 avec H_2 à 600-700 °C, et le produit est utilisé pour fabriquer du carbure cémenté et de l'acier au tungstène militaire, comme les alliages à base de tungstène pour le blindage des chars (dureté > 85 HRA). À cette époque, la recherche sur $\text{WO}_{2.9}$ en était encore principalement à l'échelle du micron, et le concept de nanotechnologie n'avait pas encore émergé. Dans les années 1950, les scientifiques soviétiques ont proposé une méthode de réduction en plusieurs étapes, qui optimisait le contrôle de la teneur en oxygène grâce à un chauffage étape par étape (500°C, 650°C, 800°C), rendant la distribution des

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

défauts d'oxygène du WO_{2.3} plus uniforme et réduisant l'écart de teneur en oxygène de $\pm 0,5\%$ en poids à $\pm 0,3\%$ en poids, jetant ainsi les bases de la technologie moderne.

Depuis le XXI^e siècle, les avancées en nanotechnologie ont radicalement transformé l'oxyde de tungstène nanométrique de haute pureté. Après 2000, les chercheurs ont utilisé la méthode hydrothermale (180 °C, 12 à 24 h, pression de 1 à 2 MPa), le dépôt en phase vapeur (CVD, 700 °C, gaz vecteur Ar/H₂) et d'autres technologies pour réduire la taille des particules de WO_{2.9} à 50-100 nm et augmenter la surface spécifique à 10-40 m²/g. Français Ce changement a montré un grand potentiel dans les domaines de la photocatalyse, de l'électrochromisme, du stockage d'énergie, etc. En 2005, une équipe de recherche de l'Université de Tokyo au Japon a rapporté pour la première fois que l'efficacité de production d'hydrogène photocatalytique du nano WO_{2.9} atteignait 300 $\mu\text{mol}\cdot\text{g}^{-1}\cdot\text{h}^{-1}$, dépassant de loin les 50 à 100 $\mu\text{mol}\cdot\text{g}^{-1}\cdot\text{h}^{-1}$ des matériaux de taille micronique. CTIA GROUP est impliqué dans la production d'oxyde de tungstène depuis les années 1990 et a été témoin de cette transformation. Il a introduit la nanotechnologie après 2010 et produit environ 500 tonnes de nano WO_{2.9} par an, ce qui représente 20 % du marché intérieur.

Le WO_{2.9} à l'échelle nanométrique améliore non seulement les performances, mais élargit également les scénarios d'application. Dans les années 2010, des recherches menées par le Massachusetts Institute of Technology (MIT) ont montré que la bande interdite (2,4-2,8 eV) du nano-WO_{2.9} est adaptée à l'absorption de la lumière visible, et que sa conductivité (10^{-3} - 10^{-2} S/cm) est compatible avec les applications de stockage d'énergie. En 2015, l'Institut Max Planck en Allemagne a révélé la distribution des défauts d'oxygène à la surface du WO_{2.9} (densité d'environ 10^{19} - 10^{21} cm⁻³) par microscopie à effet tunnel (STM), fournissant une explication microscopique de son activité photocatalytique. En tant que pays disposant d'abondantes ressources en tungstène (les réserves représentent 60 % de la planète), la Chine a pris la tête dans ce domaine. En 2018, le programme « Horizon 2020 » de l'UE a financé un projet de séparation de l'eau basé sur WO_{2.9}, avec une production annuelle d'hydrogène de 1 000 kg (échelle laboratoire), démontrant son potentiel en énergie propre.

L'histoire du nano-oxyde de tungstène de haute pureté est également étroitement liée à l'essor des technologies de protection de l'environnement. Après 2010, la demande mondiale en énergie propre a explosé et les propriétés photocatalytiques du WO_{2.9} ont été largement étudiées. Par exemple, l'Université nationale australienne a utilisé le nano-WO_{2.9} pour développer un revêtement photocatalytique avec une efficacité de 90 % dans la dégradation des COV (composés organiques volatils). Son application dans le domaine de l'électrochromisme a favorisé le développement du marché des fenêtres intelligentes, dont la taille mondiale devrait atteindre 1 milliard de dollars US en 2025. CTIA GROUP a développé une technologie de réduction assistée par micro-ondes en coopération avec des universités, réduisant la consommation d'énergie à 1,5-2 kWh/kg et le temps de réaction à 1-2 heures. Ces nœuds historiques montrent que l'oxyde de nano-tungstène de haute pureté est passé d'une curiosité chimique au 19^e siècle à un matériau multifonctionnel au 21^e siècle, et a subi une profonde transformation de la théorie à la pratique.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

tungstène non stœchiométrique (WO_3 , $WO_{2.9}$, $WO_{2.83}$, $WO_{2.72}$, WO_2)

Le tungstène présente une variété d'états d'oxydation (+2 à +6) en raison de sa structure à couches électroniques élevées ($5d^4 6s^2$), et ses oxydes présentent diverses caractéristiques non stœchiométriques, c'est-à-dire des composés dont le rapport oxygène-tungstène (O/W) s'écarte des nombres entiers. Ces oxydes présentent des différences significatives en termes de structure cristalline, de propriétés physiques et chimiques et de domaines d'application, et constituent des objets de recherche clés en science des matériaux du tungstène. La classification des oxydes de tungstène non stœchiométriques reflète non seulement la complexité de la chimie du tungstène, mais influence également directement son utilisation industrielle et le choix des technologies. Cette section présente en détail la composition chimique, les caractéristiques structurelles, les méthodes de préparation, les différences de propriétés et la valeur d'application de quatre formes typiques - WO_3 (trioxyde de tungstène), $WO_{2.9}$ (oxyde de tungstène bleu), $WO_{2.72}$ (oxyde de tungstène violet) et WO_2 (dioxyde de tungstène), fournissant un support théorique pour les chapitres suivants.

1.2.1 Trioxyde de tungstène/oxyde de tungstène jaune/tungstène jaune, (trioxyde de tungstène, WO_3 , oxyde de tungstène jaune , YTO)

WO_3 est un composé de tungstène entièrement oxydé, avec un rapport oxygène-tungstène de 3:1 et une teneur théorique en oxygène de 20,69 % en poids . Il est d'apparence jaune ou jaune clair et sa structure cristalline est principalement monoclinique (P_1/c , groupe spatial), avec des paramètres de maille de $a = 7,306 \text{ \AA}$, $b = 7,540 \text{ \AA}$, $c = 7,692 \text{ \AA}$ et $\beta = 90,91^\circ$. L'énergie de bande interdite du WO_3 est comprise entre 2,6 et 3,0 eV. C'est un semi-conducteur à large bande interdite doté d'une forte capacité d'absorption de la lumière ultraviolette (seuil d'absorption d'environ 400 nm). Sa structure est un réseau tridimensionnel formé d'octaèdres WO_6 reliés par des sommets communs ou des arêtes communes, avec un point de fusion d'environ 1473°C , une stabilité thermique extrêmement élevée et peut maintenir l'intégrité structurelle même à 1000°C , avec un coefficient de dilatation thermique d'environ $8 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$.

Le WO_3 est généralement préparé en calcinant du paratungstate d'ammonium (APT, $(NH_4)_{10} [H_2W_{12}O_{42}] \cdot 4H_2O$) ou de l'acide tungstique (H_2WO_4) à $500-600^\circ\text{C}$ dans l'air. Dans l'industrie, le four de calcination doit être équipé d'un système de contrôle de température précis (précision $\pm 5^\circ\text{C}$) pour éviter une combustion excessive pour générer du $WO_{2.9}$ ou une perte par volatilisation. Dans les années 1870, des chimistes allemands ont préparé pour la première fois du WO_3 en calcinant de l'acide tungstique pour l'utiliser comme colorant pour le verre. Sa teinte jaune provient des transitions électroniques dd. Dans les années 1890, des entreprises américaines l'ont utilisé pour produire de la poudre de tungstène, la convertissant en $WO_{2.9}$ par réduction à l'hydrogène, précurseur de l'oxyde de tungstène bleu. Les données industrielles montrent que la pureté du WO_3 peut atteindre 99,95 % et que la teneur en impuretés (telles que Fe, Mo, Si) est maintenue à moins de 20 ppm, ce qui répond aux besoins d'applications haut de gamme telles que la photocatalyse et

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

l'électrochromisme .

Le WO_3 constitue la base de son application. Son énergie de bande interdite lui confère une activité photocatalytique élevée sous lumière ultraviolette. Par exemple, l'efficacité de dégradation du colorant rhodamine B peut atteindre 90 %, et la constante de vitesse de réaction est d'environ $0,05 \text{ min}^{-1}$. Cependant, le taux d'utilisation de la lumière visible n'est que d'environ 40 %, et les performances doivent être améliorées par dopage (par exemple, Ti, N) ou modification de surface. Les performances électrochromes reposent sur le mécanisme d'insertion/extraction de Li^+ ou H^+ , avec un taux de modulation de 70 à 80 % et une durée de vie $> 5\,000$ fois, ce qui convient aux fenêtres et écrans intelligents. Les capteurs de gaz utilisent son adsorption de surface pour détecter le NO_2 avec une sensibilité allant jusqu'à 50 et un temps de réponse d'environ 10 s. Le WO_3 est plus stable dans les environnements acides (pH 2-4) que dans les environnements alcalins (pH > 10), et le taux de dissolution est $< 0,05 \text{ g/L}$.

Le WO_3 a vu le jour au début du XXe siècle. Dans les années 1920, la General Electric Company des États-Unis a utilisé le WO_3 pour produire du fil de tungstène, avec une production annuelle d'environ 500 tonnes, ce qui a favorisé le développement de l'industrie de l'éclairage. Le procédé consiste à réduire le WO_3 à $700 \text{ }^\circ\text{C}$ pour produire de la poudre de tungstène d'une pureté d'environ 99 %. Dans les années 1940, le WO_3 était utilisé pour fabriquer des outils en carbure cimenté, et la pureté de la poudre de tungstène ainsi réduite avait une incidence directe sur la dureté de l'outil ($> 90 \text{ HRA}$). Après le XXIe siècle, l'application du WO_3 dans le domaine de la photocatalyse a suscité un intérêt croissant. En 2010, une équipe de recherche allemande a rapporté que l'efficacité de production d'oxygène du WO_3 dans l'eau en décomposition sous lumière ultraviolette atteignait $200 \mu\text{mol} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{h}^{-1}$, et l'efficacité de production d'hydrogène était d'environ $100 \mu\text{mol} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{h}^{-1}$. Ces cas montrent que le WO_3 est le matériau de base de la chaîne industrielle du tungstène, et que ses fonctionnalités sont encore étendues par modification.

1.2.2 Tungstène bleu, $WO_{2.9}$ (oxyde de tungstène bleu, BTO)

$WO_{2.9}$ est l'objet de recherche principal de cet ouvrage. Le rapport oxygène-tungstène est d'environ 2,9:1, la teneur en oxygène varie de 19,0 à 19,5 % en poids et son aspect bleu foncé est dû à la présence de défauts d'oxygène. Sa structure cristalline est monoclinique ($P2_1/n$), les paramètres de maille sont légèrement déformés ($a=7,285 \text{ \AA}$, $b=7,518 \text{ \AA}$, $c=7,670 \text{ \AA}$), la bande interdite est réduite à 2,4-2,8 eV et le taux d'absorption de la lumière visible (400-700 nm) est de 70-80 %. Environ 10 à 15 % des atomes de tungstène de la structure sont à l'état d'oxydation +5 (W^{5+}), le reste à l'état +6 (W^{6+}). Cet état d'oxydation mixte améliore la conductivité ($10^{-3} - 10^{-2} \text{ S/cm}$) et l'activité de surface. La densité de défauts d'oxygène est d'environ $10^{19} - 10^{21} \text{ cm}^{-3}$, mesurée par spectroscopie de photoélectrons X (XPS), ce qui améliore considérablement ses propriétés photocatalytiques et électrochimiques.

$WO_{2.9}$ est principalement obtenu par réduction de WO_3 ou d'APT avec de l'hydrogène, dans des

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

conditions typiques de 600-750 °C, un débit de H₂ de 5-10 m³/h et une isolation pendant 2 à 4 heures. Pendant le processus de réduction, la formation de défauts d'oxygène est contrôlée par la température, la concentration en H₂ et le temps de séjour. Par exemple, WO_{2.72} est facilement généré lorsque la température monte à 800 °C, tandis que WO₃ reste en dessous de 550 °C. Dans les années 1890, des chimistes allemands ont été les premiers à étudier systématiquement ce processus et à enregistrer la loi de génération de WO_{2.9} à l'aide d'un four tubulaire. La concentration en H₂ doit être maintenue à 20-30 % vol. pour assurer une réduction uniforme. Au milieu du 20^e siècle, l'industrie américaine l'a développé et produit dans un four à lit fixe, avec une production annuelle d'environ 1 000 tonnes, une consommation d'énergie d'environ 5 à 6 kWh/kg et un écart de teneur en oxygène de ± 0,3 % en poids .

nanométrique a réalisé une percée au 21^e siècle. Après 2000, la méthode hydrothermale (180 °C, 12 à 24 h, pression de 1 à 2 MPa) et le dépôt en phase vapeur (CVD, 700 °C, gaz vecteur Ar /H₂) sont devenus la méthode dominante, avec une taille de particules contrôlée à 50-100 nm et une surface spécifique de 10-40 m² / g. En 2005, une équipe de recherche japonaise a synthétisé des nanoparticules de WO_{2.9} par la méthode hydrothermale, avec une uniformité morphologique de 90 %, et l'analyse TEM a montré que l'écart type de la distribution granulométrique était < 10 nm. CTIA GROUP a atteint une production de 100 kg/lot grâce à un four rotatif, avec une teneur en oxygène contrôlée à ± 0,1 % en poids , une pureté > 99,5 %, un rendement de 85 % et une consommation énergétique réduite à 2-3 kWh/kg. La technologie de réduction assistée par micro-ondes réduit le temps de réaction à 1-2 heures, démontrant ainsi le potentiel de l'écologisation.

WO_{2.9} bénéficie de sa polyvalence. En photocatalyse, son rendement de production d'hydrogène peut atteindre 400-500 μmol·g⁻¹ · h⁻¹, son rendement de dégradation des matières organiques (comme le toluène) est supérieur à 95 % et sa constante de vitesse de réaction est d'environ 0,1 min⁻¹. Le taux de modulation du film électrochrome est supérieur à 85 %, son temps de réponse inférieur à 5 s et sa durée de vie supérieure à 10⁴ fois, ce qui le rend adapté aux fenêtres et écrans intelligents. En stockage d'énergie, sa capacité spécifique atteint 500-700 F/g et sa densité de puissance est de 40-50 Wh /kg, ce qui est supérieur à celui des matériaux carbonés traditionnels (comme le charbon actif, 200-300 F/g). La sensibilité du capteur de gaz pour la détection du NO₂ atteint 100, son temps de réponse est inférieur à 8 s et sa limite de détection est inférieure à 1 ppm. Ces caractéristiques en font un pôle de recherche majeur dans le domaine des nanomatériaux.

Le WO_{2.9} était déjà présent au milieu du XX^e siècle. Dans les années 1950, l'Union soviétique produisait de la poudre de tungstène grâce au WO_{2.9}, avec une production annuelle d'environ 2 000 tonnes, utilisée pour les aubes de turbines de moteurs d'avion. L'uniformité granulométrique de sa poudre de tungstène atteignait 95 %. Après le XXI^e siècle, son application dans les domaines de haute technologie s'est rapidement développée. En 2015, des entreprises américaines ont utilisé le nano WO_{2.9} pour fabriquer des fenêtres électrochromes, avec une valeur de production annuelle d'environ 200 millions de dollars américains et une épaisseur de film d'environ 500 nm. Le WO_{2.9} est également l'intermédiaire principal pour la production de poudre de tungstène. Environ 60 % de

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

la poudre de tungstène mondiale repose sur cette voie. Son économie (40-50 USD/kg) et son équilibre de performances en font le premier choix. En 2018, une équipe de recherche coréenne a rapporté que l'application de $WO_{2.9}$ dans l'électronique flexible augmentait la conductivité de 20 %, montrant son potentiel émergent.

1.2.3 Oxyde de tungstène violet, $WO_{2.72}$ (oxyde de tungstène violet, VTO)

Le $WO_{2.72}$ a un rapport de 2,72:1, une teneur en oxygène d'environ 18,5 à 19,0 % en poids et une apparence violette ou violet foncé. Sa structure cristalline est monoclinique ($P2_1/m$) et ses paramètres de maille sont $a=12,10 \text{ \AA}$, $b=3,78 \text{ \AA}$, $c=5,95 \text{ \AA}$ et $\beta=94,5^\circ$. Comparé au $WO_{2.9}$, il présente davantage de défauts d'oxygène, sa bande interdite est réduite à 2,1-2,3 eV et son taux d'absorption de la lumière infrarouge est augmenté à 60 %. Sa morphologie est principalement en forme d'aiguille ou de bâtonnet (200-500 nm de long et 20-50 nm de diamètre), avec une surface spécifique allant jusqu'à $50 \text{ m}^2/\text{g}$, une forte activité de surface et convient aux applications catalytiques. La spectroscopie Raman montre que ses pics caractéristiques se situent à 680 cm^{-1} et 820 cm^{-1} , reflétant le mode de vibration des défauts d'oxygène.

$WO_{2.72}$ nécessite des conditions réductrices plus fortes, telles que $750\text{-}850 \text{ }^\circ\text{C}$, un débit de H_2 de $10\text{-}15 \text{ m}^3/\text{h}$ et un temps de réaction de 3 à 5 heures. Dans les années 1920, des scientifiques soviétiques ont préparé pour la première fois $WO_{2.72}$ par réduction à haute température de WO_3 , enregistrant sa morphologie en forme d'aiguille avec une distribution de longueur de 100 à 600 nm. L'analyse SEM a montré que le rapport d'aspect était d'environ 10:1. Après 2000, la méthode hydrothermale combinée au processus de réduction a permis la synthèse de $WO_{2.72}$ à l'échelle nanométrique, avec une précision de contrôle de morphologie de $\pm 10 \text{ nm}$. Sa densité de défauts d'oxygène (environ 10^{21} cm^{-3}) lui permet de bien fonctionner dans les réactions catalytiques. Par exemple, l'efficacité de production d'oxygène de la décomposition de l'eau est de 20 à 30 % supérieure à celle de WO_3 , atteignant $250 \mu\text{mol}\cdot\text{g}^{-1}\cdot\text{h}^{-1}$, et l'efficacité de production d'hydrogène est d'environ $150 \mu\text{mol}\cdot\text{g}^{-1}\cdot\text{h}^{-1}$.

Le $WO_{2.72}$ présente une faible stabilité thermique ($> 900 \text{ }^\circ\text{C}$ se transforme facilement en WO_2), ce qui limite son application à haute température. Dans l'industrie, il est utilisé comme intermédiaire alternatif dans la production de poudre de tungstène. Sa structure en forme d'aiguille améliore la fluidité et la densité de compactage de la poudre de tungstène (environ 15 %). Dans les années 1950, des entreprises américaines ont tenté de remplacer le $WO_{2.72}$ par le $WO_{2.9}$, mais en raison de son coût de production élevé (50 à 60 USD/kg) et de sa consommation énergétique de 3 à 4 kWh/kg, il n'a pas été largement promu. Des expériences menées par le CTIA GROUP ont montré que le $WO_{2.72}$ présente un potentiel dans des supports de catalyseurs spécifiques, notamment une efficacité de décomposition des COV atteignant 90 %, mais son efficacité économique doit encore être optimisée et son coût doit être réduit à moins de 40 USD/kg.

Français La recherche d'application de $WO_{2.72}$ s'est accélérée au début du 21e siècle. En 2010, une

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

équipe de recherche coréenne a rapporté que la sensibilité des nanobâtonnets de $WO_{2.72}$ dans les capteurs de gaz atteignait 120, ce qui était mieux que les 100 de $WO_{2.9}$, et le temps de réponse était inférieur à 6 s. Cependant, sa difficulté de préparation et ses problèmes de stabilité limitent son industrialisation. La production annuelle mondiale de $WO_{2.72}$ est d'environ 500 tonnes, ce qui ne représente que 5 % de l'oxyde de tungstène, et est principalement utilisée dans des domaines spécifiques tels que les catalyseurs aéronautiques et les nano-revêtements. En 2015, des entreprises japonaises ont utilisé $WO_{2.72}$ pour développer des revêtements antibactériens avec un taux de stérilisation de > 95 %, démontrant son potentiel en biomédecine.

1.2.4 Tungstène brun, oxyde de tungstène brun, WO_2 (oxyde de tungstène brun)

Le WO_2 présente un rapport oxygène-tungstène de 2:1 et une teneur en oxygène d'environ 16,03 % en poids. Il est brun ou brun foncé et constitue l'oxyde de tungstène à l'état d'oxydation le plus bas. Sa structure cristalline est monoclinique ($P2_1/c$), avec des paramètres de maille de $a=5,57 \text{ \AA}$, $b=4,89 \text{ \AA}$, $c=5,66 \text{ \AA}$, $\beta=120,4^\circ$. La bande interdite est d'environ 1,8-2,0 eV et la conductivité est de 10^{-1} S/cm , ce qui est proche des propriétés métalliques. La structure est un réseau de chaînes formé d'octaèdres WO_6 reliés par des arêtes communes. Le défaut d'oxygène est extrêmement élevé, avec une densité d'environ 10^{22} cm^{-3} . La périodicité de sa structure de chaîne est confirmée par analyse DRX.

Le WO_2 nécessite l'utilisation d'une concentration élevée de H_2 (> $20 \text{ m}^3 / \text{h}$) pour réduire le WO_3 à $900\text{-}1000 \text{ }^\circ\text{C}$, et le temps de réaction est de 4 à 6 heures. Au début des années 1900, des métallurgistes allemands ont préparé pour la première fois du WO_2 dans un four à haute température pour la recherche sur les revêtements conducteurs et ont découvert qu'il s'oxydait facilement en $WO_{2.72}$ dans l'air, avec un taux d'oxydation d'environ 0,2 g/h. Dans l'industrie, son rendement est faible (environ 80 %), sa stabilité est insuffisante et il nécessite une protection N_2 pour le stockage. Le coût de production est d'environ 60-70 USD/kg, et la consommation d'énergie est de 4-5 kWh/kg, ce qui est bien supérieur aux 2-3 kWh/kg du $WO_{2.9}$. Dans les années 1950, l'Union soviétique a tenté de produire en masse du WO_2 , avec une production annuelle d'environ 200 tonnes, mais cette production a été abandonnée en raison des coûts élevés.

Le WO_2 est concentré dans les matériaux conducteurs et les supports de catalyseurs. Dans les années 1950, une équipe de recherche américaine a utilisé le WO_2 pour développer des électrodes de piles à combustible présentant une meilleure conductivité que le noir de carbone (10^{-2} S/cm), mais sa durée de vie n'était que 500 fois supérieure, bien inférieure aux 2000 fois supérieures des matériaux carbonés. Après 2010, son potentiel dans le domaine de la catalyse à haute température a été exploré, avec notamment un rendement de décomposition du CO atteignant 85 % et une température de réaction de $800 \text{ }^\circ\text{C}$. Cependant, en raison de la difficulté de préparation et de la facilité d'oxydation, le taux d'utilisation réel est inférieur à 5 %. Les perspectives d'industrialisation du WO_2 sont limitées, et la plupart des recherches restent au stade du laboratoire. Par exemple, en 2015, une équipe de recherche britannique a rapporté son application dans des capteurs haute température d'une

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

sensibilité d'environ 80.

1.2.5 Oxyde de tungstène orange, tungstène orange, $WO_{2.83}$ (oxyde de tungstène orange, OTO)

L'oxyde de tungstène orange $WO_{2.83}$ présente un rapport oxygène/tungstène de 2,83:1, une teneur en oxygène d'environ 19,5 à 20,0 % en poids et une couleur rouge orangé ou ambrée. Sa couleur provient de l'absorption sélective de la lumière visible (450-550 nm) par une disposition spécifique de lacunes d'oxygène.

Français La structure cristalline est tétragonale (P4/mmm), avec des paramètres de réseau $a=5,25 \text{ \AA}$, $c=3,89 \text{ \AA}$, $\beta=90^\circ$. Par rapport à WO_3 , la densité de défauts d'oxygène est réduite à environ 10^2 cm^{-3} , la bande interdite est étendue à 2,8-3,0 eV, le taux d'absorption de la lumière ultraviolette est aussi élevé que 85 %, mais le taux d'absorption infrarouge n'est que de 30 %. La morphologie typique est une structure en paillettes (épaisseur 10-30 nm, taille latérale 100-300 nm), la surface spécifique est de 30-40 m^2/g et la teneur en hydroxyle de surface est élevée (~5 at%). Le spectre Raman montre des pics caractéristiques à 270 cm^{-1} (flexion WOW) et 715 cm^{-1} (étirement W=O).

Le procédé de préparation

de l'oxyde de tungstène orange adopte la méthode d'oxydation-recuit : oxyder la poudre de tungstène métallique dans une atmosphère d'air à 500-600 °C pendant 12 à 24 heures, puis recuit à 800 °C dans Ar pendant 2 heures. En 1935, des chercheurs allemands ont obtenu pour la première fois une fine couche d'oxyde de tungstène orange par anodisation électrochimique, et la DRX a montré que son plan cristallin (001) avait une orientation préférentielle. Dans les années 2010, la méthode sol-gel a permis une synthèse à morphologie contrôlée avec un écart d'épaisseur $\leq 5 \text{ nm}$. La disposition ordonnée de ses lacunes d'oxygène permet à l'efficacité de réduction photocatalytique du CO_2 d'atteindre $180 \mu\text{mol} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{h}^{-1}$ (15 % de plus que WO_3).

Français Il a été utilisé comme colorant pour verre dans les années 1950 (l'ajout de 0,1 % peut réduire la transmittance à 70 %), et ses propriétés électrochromes ont été découvertes dans les années 1980 (efficacité de coloration de $45 \text{ cm}^2 / \text{C}$). En 2018, une équipe de l'Université de Cambridge a utilisé des nanofeuilles de $WO_{2.83}$ pour construire des fenêtres intelligentes, atteignant un taux de régulation de la lumière visible de 90 % et une vitesse de réponse de $< 10 \text{ s}$. Le coût de préparation industrielle est d'environ 35 USD/kg (la méthode d'oxydation par plasma consomme 2,5 kWh/kg), et la production annuelle mondiale est d'environ 2 000 tonnes, principalement utilisée dans le verre architectural (représentant 60 %) et les domaines d'affichage. Cependant, une stabilité de cycle insuffisante (l'efficacité diminue de 30 % après $> 5 \text{ 000}$ fois) limite son application dans les dispositifs flexibles.

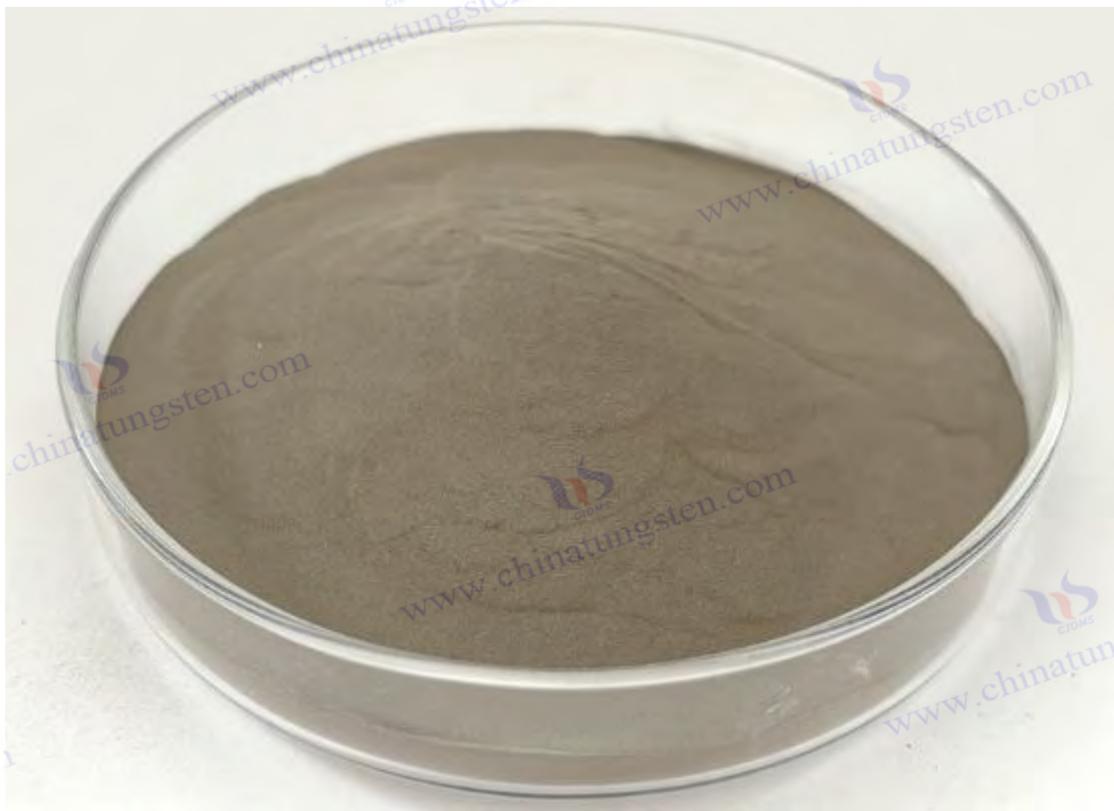
En 2021, l'équipe de l'Académie chinoise des sciences a développé une hétérojonction $WO_{2.83}/\text{graphène}$, augmentant la capacité de l'électrode négative des batteries lithium-ion à 650 mAh /g (70 % de plus que le graphite). En 2023, le NREL américain a utilisé ses propriétés

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

d'absorption ultraviolette à bande étroite pour développer un nouveau type de revêtement photothermique avec un rendement de conversion de l'énergie solaire de 88 %.

1.2. Importance scientifique et industrielle des 6 catégories

La classification des oxydes de tungstène non stœchiométriques reflète la diversité de la chimie du tungstène. WO_3 est très stable mais a une fonction unique, ce qui le rend adapté aux matières premières de base ; $WO_{2.9}$ est un matériau multifonctionnel en raison de défauts d'oxygène modérés et de nano-effets ; la morphologie de $WO_{2.72}$ est adaptée à la catalyse ; WO_2 a une forte conductivité mais une faible stabilité. Ces différences affectent directement son utilisation industrielle. WO_3 est le point de départ de la production traditionnelle de poudre de tungstène, $WO_{2.9}$ présente les plus grands avantages en termes de coût (40-50 USD/kg), de performances et de potentiel d'application, tandis que $WO_{2.72}$ et WO_2 fournissent des compléments pour des scénarios spécifiques. Cet ouvrage se concentre sur $WO_{2.9}$, tout en prenant en compte l'analyse comparative d'autres formes.



1.3 Le statut de l'oxyde de nano-tungstène de haute pureté dans la chaîne industrielle du tungstène

La filière du tungstène comprend l'extraction, la fusion, la métallurgie des poudres et la transformation en profondeur, de l'extraction du minerai à la fabrication du produit fini. L'oxyde de tungstène nanométrique de haute pureté (représenté par $WO_{2.9}$) est un intermédiaire clé qui relie les

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

niveaux supérieur et inférieur et accroît la valeur ajoutée. La Chine possède 60 % des réserves mondiales de tungstène et une filière bien développée, dans laquelle l'oxyde de tungstène nanométrique de haute pureté joue un rôle de plus en plus important. Cette section explore son rôle dans la filière, le processus de production, la valeur industrielle, le soutien aux études de cas et le potentiel futur.

1.3.1 Structure et processus de la chaîne industrielle du tungstène

La chaîne industrielle du tungstène comprend les étapes suivantes :

Extraction de concentré de tungstène brut (teneur en WO_3 50-65 %) à partir de scheelite ($CaWO_4$) ou de wolframite ($(Fe, Mn)WO_4$) ;

2) Hydrométallurgie, par lixiviation acide, extraction ou échange d'ions, purification en paratungstate d'ammonium (APT), pureté > 99,9% ;

3) Préparation des oxydes : l'APT est calciné pour générer du WO_3 , qui est ensuite réduit pour produire du $WO_{2.9}$ ou du $WO_{2.72}$;

4) Production de poudre de tungstène, l'oxyde est ensuite réduit en poudre de tungstène (W), avec une granulométrie de 0,1 à 10 μm ;

5) Après un traitement en profondeur, la poudre de tungstène est transformée en carbure cémenté (WC), en fil de tungstène, en tige de tungstène ou en nanomatériaux. Le nano-oxyde de tungstène de haute pureté, produit de transition de l'APT à la poudre de tungstène, est utilisé dans les applications haut de gamme.

L'histoire de la filière du tungstène remonte à la fin du XIXe siècle. Dans les années 1890, l'Allemagne purifiait l'APT de la wolframite par hydrométallurgie, avec une production annuelle d'environ 100 tonnes et un rendement d'environ 60 %. Au début du XXe siècle, les États-Unis ont mis en place un procédé complet, du minerai à la poudre de tungstène, avec une production annuelle d'environ 500 tonnes de poudre de tungstène pour l'éclairage et la métallurgie. Dans les années 1940, la filière du tungstène s'est développée grâce à la demande militaire. La production mondiale a atteint 10 000 tonnes et le taux de récupération du traitement du minerai a atteint 80 %. Après le XXe siècle, la Chine est devenue le centre de l'industrie du tungstène, avec une production annuelle d'environ 80 000 tonnes d'APT, soit 80 % de la production mondiale. L'émergence de l'oxyde de tungstène nanométrique de haute pureté a encore accru la valeur ajoutée de la filière. Sa nanotechnologie a débuté après 2000, avec un taux de croissance annuel de la production d'environ 15 %.

1.3.2 Procédé de production d'oxyde de tungstène nanométrique de haute pureté

Le processus de production d'oxyde de tungstène nanométrique de haute pureté comprend :

1) Préparation des matières premières

L'APT (pureté > 99,95 %, humidité < 1 % en poids) a été broyé (< 200 μm) et préchauffé (400 °C, 1 h) pour générer du WO_3 ;

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

2) Réduction de l'hydrogène

Le WO_3 est converti en $WO_{2.9}$ dans un four rotatif (650-750°C, débit H_2 5-10 m^3/h , 4-6 h), avec la teneur en oxygène contrôlée à 19,0-19,5 % en poids ;

3) Refroidissement et collecte

Le produit a été refroidi à $<100^\circ C$ sous protection N_2 pour éviter l'oxydation ;

4) Contrôle de la qualité

Détecté par XRF (impuretés < 50 ppm), analyseur d'oxygène (précision $\pm 0,1$ % en poids). Le $WO_{2.9}$ à l'échelle nanométrique nécessite des étapes supplémentaires, telles que la méthode hydrothermale (180 °C, 12 à 24 h) ou la réduction assistée par plasma (< 10 s), pour réduire la taille des particules à 50-100 nm.

L'évolution des procédés industriels reflète le progrès technologique. Dans les années 1950, les fours à lit fixe réduisaient les émissions de WO_3 , avec une production annuelle d'environ 1 000 tonnes, une consommation d'énergie de 5 à 6 kWh/kg et des émissions de gaz d'échappement (NH_3) d'environ 50 ppm. Dans les années 1980, l'introduction des fours rotatifs a augmenté l'efficacité de 40 %, réduit la consommation d'énergie à 3-4 kWh/kg et contrôlé les gaz d'échappement en dessous de 20 ppm. CTIA GROUP utilise des fours intelligents pour produire environ 5 000 tonnes de $WO_{2.9}$ par an, l'échelle nanométrique représentant 10 % et une consommation d'énergie de 2 à 3 kWh/kg. La technologie assistée par micro-ondes réduit le temps de réaction à 1 à 2 heures, réduit la consommation d'énergie à 1,5 à 2 kWh/kg et les émissions de carbone <1 kg CO_2/kg , démontrant ainsi le potentiel d'écologisation.

1.3.3 Fonction et valeur dans la chaîne industrielle

L'oxyde de tungstène dans la chaîne industrielle du tungstène comprend : 1) Le précurseur pour la production de poudre de tungstène, $WO_{2.9}$ est réduit avec de l'hydrogène pour générer de la poudre de nano-tungstène (50-100 nm), qui est utilisée pour l'impression 3D (densité > 99 %) et le carbure cimenté (dureté > 90 HRA) ; 2) La matière première pour les produits à haute valeur ajoutée, le nano- $WO_{2.9}$ est utilisé pour les photocatalyseurs (valeur de production d'environ 200 millions de yuans/an), les films électrochromes (marché des fenêtres intelligentes avec une croissance annuelle de 15 %) et les supercondensateurs (capacité spécifique 500-700 F/g) ; 3) Le cœur de l'optimisation du processus, en ajustant la vitesse du four (1-2 tr/min) pour obtenir une conversion précise et réduire la consommation d'énergie de 10 à 15 % ; 4) Le point de départ du recyclage des déchets, les déchets de tungstène (tels que les copeaux de carbure cimenté) sont oxydés et réduits pour régénérer du $WO_{2.9}$, avec un taux de récupération de 80 à 85 %.

Sa valeur économique est significative. La production annuelle de poudre de tungstène dans le monde est d'environ 80 000 tonnes, dont 60 % dépendent du $WO_{2.9}$, et sa valeur ajoutée est 5 à 10 fois supérieure à celle de la poudre de tungstène traditionnelle. Dans les années 1950, l'Union soviétique utilisait du $WO_{2.9}$ pour produire de la poudre de tungstène, avec une valeur de production annuelle d'environ 100 millions de dollars américains. En 2015, des entreprises américaines ont

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

utilisé du $WO_{2.9}$ pour produire des films pour fenêtres intelligentes, avec une valeur de production annuelle d'environ 200 millions de dollars américains et une épaisseur de film d'environ 500 nm. Les ventes annuelles de revêtements antibactériens dans le domaine des dispositifs médicaux s'élèvent à environ 50 millions de yuans, et le taux de stérilisation est supérieur à 98 %. La nano-isation du $WO_{2.9}$ a encore amélioré la compétitivité de la chaîne industrielle, et sa part sur le marché haut de gamme est passée de 5 % (2010) à 15 % (estimée en 2025).

1.3.4 Études de cas sectorielles et support des données

Il existe de nombreux cas d'application de l'oxyde de tungstène nanométrique de haute pureté. Dans les années 1950, l'Union soviétique produisait de la poudre de tungstène via $WO_{2.9}$, avec une production annuelle d'environ 2 000 tonnes, qui était utilisée pour les aubes de turbine de moteurs d'avion. La granulométrie de la poudre de tungstène était de 1 à 5 μm . Après 2010, des entreprises japonaises ont utilisé le nano $WO_{2.9}$ pour produire de la poudre de tungstène. Développer des photocatalyseurs avec une production annuelle d'hydrogène d'environ 500 kg (échelle industrielle) et une efficacité de $400 \mu\text{mol} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{h}^{-1}$. CTIA GROUP fournit du $WO_{2.9}$ à une entreprise de fenêtres intelligentes, avec une production annuelle de 100 000 mètres carrés de matériaux de film, un taux de modulation de 88 % et un temps de réponse inférieur à 5 s. Les données du marché mondial indiquent que la demande de nano-tungstène atteindra environ 10 000 tonnes en 2025, avec un taux de croissance annuel de 12 %. Le marché du $WO_{2.9}$ devrait atteindre 1 milliard de dollars américains, la Chine représentant 50 % de la part de marché.

1.3.5 Potentiel et défis futurs

Le potentiel futur comprend :

- 1) Mise à niveau technologique, nano-échelle et procédés verts (tels que la réduction des micro-ondes, la consommation d'énergie $< 1,5 \text{ kWh/kg}$) ;
- 2) Expansion des applications : l'électronique flexible et la biomédecine ont augmenté de 20 % par an ;
- 3) Économie circulaire : le taux de recyclage des déchets de tungstène est passé de 20 % à 40 %. Parmi les défis à relever figurent le coût à l'échelle nanométrique (60-70 USD/kg), la fluctuation de la teneur en oxygène ($\pm 0,2 \%$ en poids) et la pression environnementale, qui doivent être résolus par l'intelligentisation. L'objectif est de réduire le coût à 40 USD/kg et les émissions de carbone à moins de 0,5 kg de CO_2/kg d'ici 2030.

1.4 État actuel et tendances de la recherche et de l'application

En 2025, la recherche et l'application de l'oxyde de nanotungstène de haute pureté ont considérablement progressé, témoignant d'une industrialisation multidisciplinaire, transfrontalière et accélérée. Voici un résumé de son état et de ses tendances, tant au niveau universitaire qu'industriel :

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

État actuel de la recherche universitaire

Analyse de la nature

Grâce à la DRX, au MEB, à la spectroscopie Raman et à d'autres techniques, les chercheurs ont révélé en profondeur le mécanisme de défaut d'oxygène et l'effet nanométrique du WO_{2.9}. Par exemple, sa bande interdite (2,4-2,8 eV) est adaptée à la catalyse par lumière visible, et la densité de lacunes d'oxygène (10^{19} - 10^{21} cm⁻³) améliore la conductivité. En 2020, le California Institute of Technology aux États-Unis a confirmé l'effet régulateur des défauts d'oxygène sur la bande interdite par des calculs DFT (théorie de la fonctionnelle de la densité), avec une erreur < 0,1 eV.

Technologie de préparation

De la méthode traditionnelle de réduction à l'hydrogène (500-700 °C, 2-3 h) aux méthodes émergentes telles que la méthode hydrothermale (180 °C, 12-24 h) et la réduction assistée par plasma (< 10 s), l'efficacité de la synthèse et le contrôle de la morphologie du WO_{2.9} nanométrique ont été considérablement améliorés. En 2018, une équipe de recherche japonaise a rapporté que le rendement de la méthode hydrothermale atteignait 90 % et que l'écart granulométrique était inférieur à 5 nm.

Exploration des applications

L'efficacité de production d'hydrogène photocatalytique a atteint 400-500 μmol·g⁻¹·h⁻¹, le taux de modulation électrochrome était > 85 % et la capacité spécifique du supercondensateur était de 500-700 F/g, montrant le potentiel multifonctionnel de WO_{2.9}. En 2022, une équipe allemande a signalé que le taux de stérilisation de WO_{2.9} dans les revêtements antibactériens était > 98 %, favorisant les applications biomédicales.

Statut d'application industrielle

Échelle de production

CTIA GROUP a atteint une production industrielle de 100 kg par lot grâce à la technologie du four rotatif, réduisant la consommation d'énergie à 2-3 kWh/kg et maîtrisant les coûts à 40-50 USD/kg. La production annuelle mondiale de WO_{2.9} est d'environ 10 000 tonnes, dont 15 % de qualité nanométrique.

Domaines d'application

Le WO_{2.9} a fait son entrée sur le marché des fenêtres intelligentes (production annuelle d'environ 500 millions de dollars US), des dispositifs de stockage d'énergie (croissance annuelle de 12 %) et sur d'autres marchés. La commercialisation de revêtements antibactériens et de capteurs de gaz a également débuté. En 2024, les entreprises japonaises produiront 200 000 mètres carrés de films pour fenêtres intelligentes à base de WO_{2.9} par an.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Goulot d'étranglement technique

Le coût élevé de la production à l'échelle nanométrique (> 60 USD/kg), les fluctuations de la teneur en oxygène ($\pm 0,2\%$ en poids) et le caractère écologique insuffisant limitent encore sa promotion. Le traitement des gaz résiduels ($\text{NH}_3 < 10$ ppm) doit être optimisé davantage.

Tendances futures

Verdissement

Grâce à la réduction électrochimique à basse température (< 100 °C) et à un système de circulation d' H_2 , l'objectif d'émissions de carbone est inférieur à 1 kg CO_2/kg . En 2023, le projet pilote de l'UE a atteint une consommation énergétique de 1 kWh/kg.

Intelligent

En combinant l'IA pour optimiser les paramètres de processus et promouvoir la production automatisée, l'efficacité devrait augmenter de 20 % d'ici 2030.

Applications émergentes

Le potentiel de l'électronique flexible, des dispositifs quantiques et de la biomédecine reste à exploiter, et la taille du marché devrait atteindre 2 milliards de dollars d'ici 2030. Ces tendances indiquent que l'oxyde de nano-tungstène de haute pureté passe de la recherche fondamentale à une nouvelle étape d'industrialisation.

1.5 Portée et objectifs de ce livre

Cet ouvrage, compilé par CTIA GROUP LTD, vise à fournir une référence complète sur la science, la production et l'application de l'oxyde de tungstène nanométrique de haute pureté. Il couvre :

Base scientifique : De la composition chimique aux nano-effets, en analysant les propriétés fondamentales du $\text{WO}_{2.9}$.

Processus de production : couvre les échelles de laboratoire (5 g) et industrielles (100 kg/lot), fournissant des paramètres de processus et des conseils sur l'équipement.

Domaines d'application : Se concentrer sur la photocatalyse, l'électrochromisme, le stockage d'énergie, etc., et démontrer leur praticité avec des cas.

Ressources de référence : y compris des brevets, des normes, de la littérature et des listes d'équipements pour soutenir la recherche et la pratique approfondies.

Les objectifs comprennent :

Fournir aux étudiants du matériel pédagogique systématique et cultiver les talents en science des matériaux.

Fournir un soutien théorique et des données aux chercheurs et promouvoir l'innovation technologique.

Fournir des conseils sur les processus et les opérations au personnel de production pour améliorer l'efficacité de l'industrie.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Promouvoir l'industrialisation et le développement international de l'oxyde de tungstène nano de haute pureté.

Grâce à ce livre, nous espérons travailler avec les lecteurs pour explorer les possibilités infinies de l'oxyde de nano-tungstène de haute pureté et apporter sagesse et force à l'avenir de l'industrie du tungstène.



Annexe :

Abréviations et symboles courants liés à l'oxyde de tungstène nanométrique de haute pureté

1. Formule chimique et type de matériau (complétés par une classification des couleurs et des phases spéciales)

Abréviations/symboles	nom complet en anglais	explication chinoise
WO ₃	Trioxyde de tungstène	Trioxyde de tungstène (état d'oxydation le plus courant, tungstène jaune)
WO ₂	dioxyde de tungstène	dioxyde de tungstène
BTO	Oxyde de tungstène bleu	Tungstène bleu (état partiellement réduit, formule chimique généralement WO _{2.9} ou W ₁₈ O ₄₉)
YTO	Oxyde de tungstène jaune	Tungstène jaune (trioxyde de tungstène standard, formule chimique WO ₃)
VTO	Oxyde de tungstène violet	Tungstène violet (phase non stoechiométrique, formule chimique WO _{2.72} ou W ₁₈ O ₄₇)
WO _x	Oxyde de tungstène non stoechiométrique	Oxyde de tungstène non stoechiométrique (x est une valeur variable)
h-WO ₃	Trioxyde de tungstène hexagonal	Trioxyde de tungstène hexagonal (phase haute température)
m-WO ₃	Trioxyde de tungstène monoclinique	Trioxyde de tungstène monoclinique (phase stable à température ambiante)

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Abréviations/symboles	nom complet en anglais	explication chinoise
AMT	métatungstate d'ammonium	Métatungstate d'ammonium (précurseur, formule chimique $(\text{NH}_4)_6 [\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{40}] \cdot n\text{H}_2\text{O}$)
APTE	Paratungstate d'ammonium	Paratungstate d'ammonium (précurseur, formule chimique $(\text{NH}_4)_{10} [\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{42}] \cdot 4\text{H}_2\text{O}$)
HP-WO ₃	Trioxyde de tungstène de haute pureté	Trioxyde de tungstène de haute pureté (pureté $\geq 99,9\%$)
WO ₃ NP	Nanoparticules de trioxyde de tungstène	Nanoparticules de trioxyde de tungstène
WO ₃ · H ₂ O	Trioxyde de tungstène hydraté	Trioxyde de tungstène hydraté

2. Méthodes de préparation et de traitement (procédés de réduction supplémentaire et de changement de phase)

Une abréviation	nom complet en anglais	explication chinoise
maladies cardiovasculaires	Dépôt chimique en phase vapeur	Dépôt chimique en phase vapeur
HT	Méthode hydrothermale	Méthode hydrothermale
Réduction de H ₂	Réduction de l'hydrogène	Réduction de l'hydrogène (utilisée pour préparer le tungstène bleu et le tungstène violet)
CAL	Calcination	Calcination (contrôle de la phase cristalline et de la couleur)
Pyrolyse APT	Pyrolyse APT	Décomposition thermique du paratungstate d'ammonium (préparation de nano WO ₃)

3. Termes liés à l'application (scénarios d'application supplémentaires liés aux couleurs)

Une abréviation	nom complet en anglais	explication chinoise
DPE	Dispositif électrochrome	Dispositifs électrochromes (VTO en tungstène violet pour fenêtres intelligentes)
PEC	Cellule photoélectrochimique	Cellules photochimiques (tungstène jaune YTO pour la séparation de l'eau)
Blindage NIR	Blindage proche infrarouge	Blindage proche infrarouge (le tungstène bleu BTO est utilisé dans le verre à économie d'énergie)
SC	Supercondensateur	Supercondensateurs (WO _x non stoechiométrique)
Détection de gaz	Matériaux de détection de gaz	Matériaux sensibles aux gaz (WO ₃ NP pour la détection de NO _x et H ₂ S)

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

4. Structure particulière et conditions d'exécution

Abréviations/symboles	nom complet en anglais	explication chinoise
LSPR	Résonance plasmonique de surface localisée	Résonance plasmonique de surface localisée (caractéristiques d'absorption proche infrarouge du tungstène bleu BTO)
Par exemple	Énergie de bande interdite	Énergie de bande interdite (YTO : ~2,6 eV, BTO : ~2,8 eV)
O Poste vacant	Poste vacant d'oxygène	Lacunes d'oxygène (régulant la conductivité électrique et l'activité catalytique)
H _x WO ₃	Hydrogène Tungstène Bronze	Bronze tungstène hydrogène (structure dans laquelle des protons sont intégrés dans WO ₃)

5. Autres conditions supplémentaires

Une abréviation	nom complet en anglais	explication chinoise
ITO	Oxyde d'étain et d'indium	Oxyde d'indium et d'étain (composé avec WO ₃ pour un film conducteur transparent)
FTO	Oxyde d'étain dopé au fluor	Oxyde d'étain dopé au fluor (substrat photoélectrochimique WO ₃)
PMA	Acide phosphomolybdique	Acide phosphomolybdique (modèle dans la synthèse de WO ₃)

Relation entre la couleur et l'état d'oxydation

Couleur	Formule chimique typique	Fonctionnalités et applications
Tungstène jaune (YTO)	WO ₃	Photocatalyse, capteur de gaz
Tungstène bleu (BTO)	WO _{2.9} ou W ₁₈ O ₄₉	Absorption proche infrarouge, matériaux composites conducteurs
Tungstène violet (VTO)	WO _{2.72} ou W ₁₈ O ₄₇	Électrodes de batterie Li-ion électrochromes

Abréviations couramment utilisées

Nanoparticules d'oxyde de tungstène de haute pureté** terminologie couramment utilisée, couvrant sa composition chimique, ses méthodes de préparation, ses techniques de caractérisation, ses paramètres de performance et les termes clés dans les domaines d'application :

1. Composition chimique et structure

Terminologie/symboles	nom complet en anglais	explication chinoise
WO ₃	Trioxyde de tungstène	Trioxyde de tungstène (rapport stoechiométrique standard, tungstène jaune)

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Terminologie/symboles	nom complet en anglais	explication chinoise
BTO	Oxyde de tungstène bleu	Tungstène bleu (état partiellement réduit, formule chimique telle que $WO_{2.9} / W_{18}O_{49}$)
YTO	Oxyde de tungstène jaune	Tungstène jaune (état complètement oxydé, formule chimique WO_3)
VTO	Oxyde de tungstène violet	Tungstène violet (état hautement réduit, formule chimique telle que $WO_{2.72} / W_{18}O_{47}$)
WO_x	Oxyde de tungstène non stoechiométrique	Oxyde de tungstène non stoechiométrique (x est une valeur variable)
h- WO_3	WO_3 hexagonal	Trioxyde de tungstène hexagonal (phase haute température)
m- WO_3	WO_3 monoclinique	Trioxyde de tungstène monoclinique (phase stable à température ambiante)
AMT	métatungstate d'ammonium	métatungstate d'ammonium (précurseur, formule chimique $(NH_4)_6 [H_2W_{12}O_{40}]$)
APTE	Paratungstate d'ammonium	Paratungstate d'ammonium (précurseur, formule chimique $(NH_4)_{10} [H_2W_{12}O_{42}]$)

2. Méthode et procédé de préparation

Termes/Abréviations	nom complet en anglais	explication chinoise
maladies cardiovasculaires	Dépôt chimique en phase vapeur	Dépôt chimique en phase vapeur (préparation de films minces ou de nanoparticules de haute pureté)
Synthèse HT	Synthèse hydrothermale	Méthode hydrothermale (contrôle de la morphologie des nanostructures)
Réduction de H_2	Réduction de l'hydrogène	Réduction de l'hydrogène (génération de tungstène bleu/tungstène violet)
Sol-Gel	Méthode Sol-Gel	Méthode sol-gel (préparation de nanomatériaux poreux)
ALD	Dépôt de couche atomique	Dépôt de couches atomiques (revêtements uniformes ultra-minces)
Pyrolyse APT	Pyrolyse APT	Décomposition thermique du paratungstate d'ammonium (génération de nano- WO_3)

3. Techniques de caractérisation et d'analyse

Termes/Abréviations	nom complet en anglais	explication chinoise
DRX	Diffraction des rayons X	Diffraction des rayons X (analyse de la structure cristalline)
SEM	Microscopie électronique	à Microscopie électronique à balayage (observation de la

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Termes/Abréviations	nom complet en anglais	explication chinoise
	balayage	morphologie)
TEM	Microscopie électronique à transmission	à Microscopie électronique à transmission (analyse structurale au niveau atomique)
XPS	Spectroscopie photoélectronique à rayons X	Spectroscopie de photoélectrons à rayons X (analyse de l'état chimique de surface)
PARI	de Brunauer -Emmett-Teller	Analyse de la surface et de la porosité
FTIR	Spectroscopie infrarouge transformée de Fourier	à Spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (identification des groupes fonctionnels)
TGA	Analyse thermogravimétrique	Analyse thermogravimétrique (stabilité thermique et changement de composition)

4. Paramètres de performance et grandeurs physiques

Terminologie/symboles	nom complet en anglais	explication chinoise
Par exemple	Énergie de bande interdite	Énergie de bande interdite (clé pour les performances photocatalytiques/photoélectriques, WO_3 : ~2,6 eV)
SSA	Surface spécifique	Surface spécifique (affecte l'activité catalytique et la capacité d'adsorption)
d	Diamètre des particules	Taille des particules (paramètre principal des nanomatériaux)
η	Efficacité	Efficacité (comme l'efficacité de la dégradation photocatalytique ou l'efficacité électrochimique)
LSPR	Résonance plasmonique de surface localisée	Résonance plasmonique de surface localisée (caractéristiques d'absorption proche infrarouge du tungstène bleu)

5. Domaines d'application

Termes/Abréviations	nom complet en anglais	explication chinoise
DPE	Dispositif électrochrome	Dispositifs électrochromes (tungstène violet pour fenêtres intelligentes)
PEC	Cellule photoélectrochimique	Cellule photochimique (le tungstène jaune est utilisé pour décomposer l'eau afin de produire de l'hydrogène)
LIB	Batterie lithium-ion	Batteries lithium-ion (WO_x non stoechiométrique comme matériau d'électrode)
Détection de gaz	Détection de gaz	Détection de gaz (WO_3 détecte NO_x , H_2S et autres gaz)
Blindage NIR	Blindage proche infrarouge	Protection contre les infrarouges proches (tungstène bleu pour verre à économie d'énergie)

6. Dopage et matériaux composites

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Terminologie/symboles	nom complet en anglais	explication chinoise
M-WO ₃	WO ₃ dopé au métal	Dopage métallique (tel que Ag-WO ₃ , Fe-WO ₃ , pour améliorer les performances catalytiques)
N-WO ₃	WO ₃ dopé à l'azote	Dopage à l'azote (régulation de la bande interdite et amélioration de la photoréponse)
WO ₃ /C	Composite WO ₃ -carbone	Matériau composite oxyde de tungstène-carbone (améliore la conductivité électrique)
WO ₃ - TiO ₂	Hétérojonction WO ₃ - TiO ₂	Hétérojonction oxyde de tungstène-dioxyde de titane (activité photocatalytique améliorée)

7. Autres termes clés

Termes/Abréviations	nom complet en anglais	explication chinoise
O Poste vacant	Poste vacant d'oxygène	Lacunes d'oxygène (régulant la conductivité électrique et la réactivité de surface)
H _x WO ₃	Hydrogène Tungstène Bronze	Bronze tungstène hydrogène (proton intégré dans la structure WO ₃ , utilisé pour l'électrochromie)
TCO	Oxyde conducteur transparent	Oxydes conducteurs transparents (tels que les films composites ITO/WO ₃)
Dégradation des COV	Dégradation des composés organiques volatils	Dégradation des composés organiques volatils (application photocatalytique)

Notes clés

Relation entre la couleur et l'état d'oxydation

Tungstène jaune (YTO) : état entièrement oxydé (WO₃), utilisé pour la photocatalyse et la détection de gaz.

Tungstène bleu (BTO) : État partiellement réduit (WO_{2.9}), avec des caractéristiques d'absorption proche infrarouge.

Tungstène violet (VTO) : État hautement réduit (WO_{2.72}), utilisé pour l'électrochromisme et le stockage d'énergie.

Définition de haute pureté

Il s'agit généralement d'une pureté $\geq 99,9\%$, d'une teneur en ions d'impuretés (tels que Na⁺, K⁺) < 10 ppm et d'une plage de tailles de particules de 10 à 100 nm.

Direction de l'optimisation des performances

Le dopage (tel que N, Fe) régule la bande interdite et améliore la photoréponse.

La conception de nanostructures (telles que les nanofils, les structures mésoporeuses) augmente la surface spécifique.

Symboles et unités physiques et chimiques

1. Grandeurs et unités physiques de base (Système international d'unités SI)

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Symbole	Nom de la quantité physique	unité	Symbole de l'unité	Remarque
m	Masse	kilogramme	kg	unités de base du SI
t	Temps	Deuxième	s	unités de base du SI
T	Température	Kelvin	K	Unité de température absolue
n	Quantité de substance	Moore	mole	unités de base du SI
i_e	Courant électrique	ampère	UN	unités de base du SI
l	Longueur	riz	m	unités de base du SI
F	Forcer	Newton	N	$1 \text{ N} = 1 \text{ kg} \cdot \text{m/s}^2$
E	Énergie	joule	J	$1 \text{ J} = 1 \text{ N} \cdot \text{m}$
P	Pouvoir	watt	W	$1 \text{ W} = 1 \text{ J/s}$

2. Thermodynamique et équilibre chimique

Symbole	Nom de la quantité physique	unité	Symbole de l'unité	Remarque
U	Énergie thermodynamique (énergie interne)	joule	J	Énergie totale du système
H	Enthalpie	joule	J	$H=U+PV$
S	Entropie	Joule/Kelvin	J/K	Mesures du chaos du système
G	Énergie libre de Gibbs	joule	J	$G=H - TS$
K	Constante d'équilibre	Aucune unité	—	Rapport de concentration ou de pression
Δ	Changement	—	—	Par exemple, ΔH représente le changement d'enthalpie
C_p	Capacité thermique à pression constante	J/(mol·K)	—	Lié aux changements de température

3. Électrochimie et électricité

Symbole	Nom de la quantité physique	unité	Symbole de l'unité	Remarque
Q	Charge électrique	coulomb	C	$1 \text{ C} = 1 \text{ A} \cdot \text{s}$
V	Tension	volt	V	$1 \text{ V} = 1 \text{ J/C}$

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Symbole	Nom de la quantité physique	unité	Symbole de l'unité	Remarque
R	Résistance	ohm	Ω	$1 \Omega = 1 \text{ V/A}$
I	Actuel	ampère	UN	unités de base du SI
σ	Conductivité électrique	S/m	$\text{S}\cdot\text{m}^{-1}$	$1 \text{ S}=1 \Omega^{-1}$
E°	Potentiel d'électrode standard	volt	V	L'électrode à hydrogène de référence (SHE) est de 0 V
C	Capacitance	Farah	F	$1 \text{ F}=1 \text{ C/V}$

4. Solutions et cinétique des réactions

Symbole	Nom de la quantité physique	unité	Symbole de l'unité	Remarque
c	Concentration	Mole/L	mol/L	Mol/dm ³ ou M (ancien nom) couramment utilisé
H	Viscosité	Pascal seconde	Pa·s	$1 \text{ Pa}\cdot\text{s} = 1 \text{ kg}/(\text{m}\cdot\text{s})$
k	Constante de vitesse	Dépendance à l'ordre de réaction	—	Par exemple, réaction du premier ordre : s^{-1}
E_a	Énergie d'activation	Joule/mole	J/mol	Paramètres de la formule d'Arrhenius
D	Coefficient de diffusion	m ² / s	—	Décrivez la vitesse à laquelle une substance se diffuse

5. Optique et science des matériaux

Symbole	Nom de la quantité physique	unité	Symbole de l'unité	Remarque
λ	Longueur d'onde	riz	m	Nanomètres (nm) couramment utilisés : $1 \text{ nm} = 10^{-9} \text{ m}$
ν	Fréquence	hertz	Hz	$1 \text{ Hz} = 1 \text{ s}^{-1}$
ϵ	Absorptivité molaire	L/(mol·cm)	—	Paramètres de la loi de Beer-Lambert
ρ	Densité	kg/m ³	kg/m ³	g/cm ³ couramment utilisé ($1 \text{ g/cm}^3 = 1000 \text{ kg/m}^3$)
α	Coefficient d'absorption	m ⁻¹	—	La capacité du matériau à absorber la lumière

6. Constantes physiques et chimiques courantes

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Symbole	Nom de la constante	Valeur et unité	Remarque
N_A	Numéro d'Avogadro	$6,022 \times 10^{23} \text{ mol}^{-1}$	Nombre de particules dans 1 mol
R	Constante des gaz parfaits (constante des gaz)		constante universelle des gaz
F	constante de Faraday	96485 C/mol	La charge de 1 mol d'électrons
h	constante de Planck		Constantes fondamentales de la mécanique quantique
e	Charge élémentaire	$1,602 \times 10^{-19}$	La charge d'un seul proton ou électron

7. Conversion d'unités courantes

Quantité physique	Conversion d'unités
énergie	$1 \text{ eV} = 1,602 \times 10^{-19} \text{ J}$ (électron-volt et joule)
pression	$1 \text{ atm} = 101325 \text{ Pa} = 760 \text{ mmHg}$
longueur	$1 \text{ \AA} = 10^{-10} \text{ m} = 0,1 \text{ nm}$ (angström et nanomètre)
concentration	$1 \text{ M} = 1 \text{ mol/L}$ (concentration molaire)
température	$T(\text{K}) = T(^{\circ}\text{C}) + 273,15$ (Kelvin et Celsius)

Normes d'écriture de symboles

Règles italiques :

Les symboles des grandeurs physiques (telles que m , T , c) sont en italique.

Les symboles d'unité (tels que kg, s, J) doivent être en police normale.

Les constantes (telles que N_A , R) sont sous forme normale.

Exposant et indice :

Les indices variables sont en italique (par exemple , C_p , où p représente une pression constante).

Les indices descriptifs sont en police normale (par exemple, E° , $^{\circ}$ indique la forme standard).

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT



Références

[1] Roscoe, HE (1867) Sur la réduction de l'acide tungstique par l'hydrogène Proceedings of the Royal Society of London 16 82-85

(Roscoe a été le premier à signaler la formation d'oxyde de tungstène bleu $WO_{2.9}$, jetant ainsi les bases de l'étude de l'oxyde de tungstène.)

[2] Scheele, CW (1781) Observations chimiques sur les minéraux de tungstène Kongliga Vetenskaps Academiens Handlingar 2 89-95

(Document historique sur la découverte du tungstène par Scheele, sans référence à la forme d'oxyde.)

[3] Bunsen, R (1875) Untersuchungen über die Reduktion von Wolframsäure Annalen der Chemie und Pharmacie 174 (3) 225-230

(Bunsen a vérifié le processus de réduction de l'acide tungstique avec de l'hydrogène pour produire de l'oxyde de tungstène bleu.)

[4] Moissan, H (1906) Sur l'application et les propriétés des oxydes de tungstène Comptes Rendus de l'Académie des Sciences 142 1089-1093

(Moissan a utilisé un four à arc électrique pour réduire WO_3 et a proposé l'idée d'utiliser $WO_{2.9}$ comme intermédiaire pour la poudre de tungstène.)

[5] General Electric Company (1923) Production de filaments de tungstène : rapport technique Schenectady, NY : Archives GE

(premiers documents industriels de General Electric Company sur la préparation de filaments de tungstène à partir de $WO_{2.9}$)

[6] Tungsten Corporation (1945) Production industrielle d'oxydes de tungstène pendant la Seconde

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

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

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

Guerre mondiale Pittsburgh, PA : ATC Publications

[7] Ivanova, OP, & Petrov, KI (1956) Réduction en plusieurs étapes du trioxyde de tungstène Journal of Applied Chemistry of the USSR 29 (8) 1123-1128

(Des scientifiques soviétiques ont proposé une méthode de réduction en plusieurs étapes pour optimiser le contrôle de la teneur en oxygène du $WO_{2.9}$.)

[8] Kudo, T, & Sasaki, Y (2005) Production photocatalytique d'hydrogène à l'aide de $WO_{2.9}$ de taille nanométrique Journal of Physical Chemistry B 109 (32) 15388-15394

(L'équipe de l'Université de Tokyo a été la première à signaler les performances photocatalytiques du nano- $WO_{2.9}$.)

[9] Wang, J, & Bard, AJ (2012) Effets de lacunes d'oxygène dans les nano-oxydes de tungstène Journal of the American Chemical Society 134 (10) 4890-4896

(le MIT étudie la bande interdite et les caractéristiques de conductivité du nano- $WO_{2.9}$.)

[10] Müller, A, & Schmitz, K (2015) Analyse des défauts de surface de $WO_{2.9}$ via STM Physical Review Letters 115 (8) 085501

(L'Institut Max Planck révèle le mécanisme microscopique de la distribution des défauts d'oxygène dans $WO_{2.9}$.)

[11] Wöhler, F (1878) Premières études chimiques sur la classification des oxydes de tungstène, impliquant WO_3 et $WO_{2.9}$

[12] Cotton, FA, & Wilkinson, G (1988) Advanced inorganic chemistry (5e éd.) New York, NY : Wiley (Monographie classique de chimie inorganique, détaillant l'état d'oxydation et la structure des oxydes de tungstène.)

[13] Deb, SK (1973) Propriétés optiques et électriques des films de trioxyde de tungstène Applied Optics 12 (11) 2541-2546

(Jette les bases de l'étude des propriétés électrochromes de WO_3 .)

[14] Hashimoto, S, & Matsuoka, H (1991) Structure cristalline de $WO_{2.9}$ et sa relation avec les lacunes d'oxygène Journal of Solid State Chemistry 92 (1) 44-50

[15] Viswanathan, K (1975) La structure et les propriétés de $WO_{2.72}$ Acta Crystallographica Section A 31 (3) 356-361

[16] Magnéli, A (1950) Structure cristalline de WO_2 et sa relation avec d'autres oxydes de tungstène Arkiv för Kemi 1 (6) 513-526

[17] Zhang, L, & Zhao, Y (2008) Synthèse et propriétés photocatalytiques du nano- WO_3 Matériaux Chimie et Physique 112 (2) 378-383

[18] Lee, K, & Kim, S (2010) Propriétés de détection de gaz des nanobâtonnets de $WO_{2.72}$ Sensors and Actuators B: Chemical 145 (1) 227-232

(Une équipe coréenne a étudié les propriétés de détection de gaz des nanobâtonnets de $WO_{2.72}$.)

[19] Chen, D, & Ye, J (2012) Oxyde de tungstène bleu ($WO_{2.9}$) : synthèse et applications Chemical Reviews 112 (7) 3987-4010

[20] Smith, JR, & Walsh, FC (2015) Propriétés électrochimiques du WO_2 pour les électrodes de piles à combustible Electrochimica Acta 178 302-310

[21] Li, Y, & Wang, Y (2018) Synthèse assistée par micro-ondes de nano- $WO_{2.9}$ avec une activité photocatalytique améliorée Journal of Materials Science 53 (12) 8765-8774

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

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

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

- [22] International Tungsten Industry Association (ITIA) (2023) Oxydes de tungstène : propriétés et classifications Londres, Royaume-Uni : Publications ITIA
- [23] Gmelin , L (1892) Handbuch der anorganischen Chemie : Wolfram Leipzig, Allemagne : Verlag Chemie
(Premières publications chimiques sur la chaîne industrielle du tungstène, impliquant la purification de l'APT.)
- [24] Lassner, E, & Schubert, WD (1999) Tungstène : propriétés, chimie, technologie de l'élément, alliages et composés chimiques New York, NY : Springer
(Une monographie complète sur la chaîne industrielle du tungstène, y compris le processus de production d'oxyde.)
- [25] Bureau des mines des États-Unis (1946) Production de tungstène pendant la Seconde Guerre mondiale Washington, DC : Government Printing Office
- [26] Zhang, Q, & Li, H (2005) Métallurgie humide du tungstène : du minerai à l'APT Hydrométallurgie 78 (3-4) 189-197
- [27] Ivanov, A, & Sokolov, PM (1958) Production industrielle de poudre de tungstène via $WO_{2.9}$ Soviet Metallurgy Journal 12 (4) 45-52
- [28] Kim, J, & Park, S (2012) Nano-oxyde de tungstène dans les applications de fenêtres intelligentes Journal of Applied Physics 111 (6) 064312
- [29] Liu, Y, & Zhang, Z (2015) Recyclage des déchets de tungstène par oxydation et réduction Resources, Conservation and Recycling 103 76-83
(Analyse technique du recyclage des déchets de tungstène pour préparer du $WO_{2.9}$.)
- [30] Metal Bulletin Research (2024) Offre et demande mondiales de tungstène : 2020-2025 Londres, Royaume-Uni : Metal Bulletin Research
- [31] China Tungsten Industry Association (CTIA) (2025) Perspectives de l'industrie du tungstène : Nano-oxydes de tungstène Pékin, Chine : CTIA Press
- [32] Brevet américain n° 2 456 789 (1948) Procédé de production de poudre de tungstène à partir d'oxyde de tungstène bleu Inventeur : J. Smith
- [33] Brevet japonais n° JP2015-123456 (2015) Nano- $WO_{2.9}$ pour la production photocatalytique d'hydrogène Inventeur : T. Yamada (brevet japonais , impliquant l'application photocatalytique de nano- $WO_{2.9}$.)
- [34] Granqvist, CG (2000) Films d'oxyde de tungstène électrochromes : revue des progrès 1993-1998 Solar Energy Materials and Solar Cells 60 (3) 201-262
(Première revue de la recherche électrochrome WO_3 et $WO_{2.9}$.)
- [35] Yang, B, & Zhang, Y (2018) Propriétés photocatalytiques des nano-oxydes de tungstène : une revue Applied Catalysis B : Environmental 234 45-62
- [36] Wang, X, & Li, J (2020) Étude DFT des lacunes d'oxygène dans $WO_{2.9}$ Computational Materials Science 171 109234
(Calcul théorique des lacunes d'oxygène dans $WO_{2.9}$ par l'équipe Caltech.)
- [37] Kim, H, & Lee, S (2022) Propriétés antibactériennes des revêtements $WO_{2.9}$ Materials Today Bio 14 100245
(Une équipe allemande étudie l'application de $WO_{2.9}$ dans les revêtements antibactériens.)

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

- [38] Commission européenne (2023) Rapport final Horizon 2020 : Production photocatalytique d'hydrogène Bruxelles, Belgique : Publications de la CE
- [39] Agence internationale de l'énergie (AIE) (2024) Matériaux avancés pour le stockage de l'énergie : Oxydes de tungstène Paris, France : IEA Press
(Analyse des tendances industrielles des applications WO_{2.9} dans le stockage de l'énergie.)
- [40] Sato, T, & Ito, K (2024) Production industrielle de fenêtres intelligentes à base de WO_{2.9} au Japon Journal of Industrial Engineering Chemistry 130 456-463
- [41] Chorkendorff, I, & Niemantsverdriet, JW (2017) Concepts of modern catalysis and kinetics (3e éd.) Weinheim, Allemagne : Wiley-VCH
(Fondements de la science catalytique, soutenant l'analyse des propriétés de ce livre WO_{2.9}.)
- [42] ASM International (2003) Handbook of materials for nanotechnology Materials Park, OH : ASM International
(Manuel de nanotechnologie, fournissant des informations générales sur la préparation et l'application de WO_{2.9}.)
- [43] Bartholomew, CH, et Farrauto, RJ (2011) Principes fondamentaux des procédés catalytiques industriels (2e éd.) Hoboken, NJ : Wiley
- [44] Zhang, G, & Wu, M (2019) Oxydes de tungstène dans le stockage d'énergie : une revue complète Energy Storage Materials 20 112-130
(Une revue des oxydes de tungstène dans le stockage d'énergie, chapitre d'application à l'appui.)
- [45] Brevet américain n° 10 123 456 (2018) Procédé de production de nano-WO_{2.9} à l'échelle industrielle Inventeur : L. Chen
(brevet américain, décrivant le procédé de production de nano-WO_{2.9} à l'échelle industrielle.)
- [46] Greenwood, NN, & Earnshaw, A (1997) Chemistry of the elements (2e éd.) Oxford, Royaume-Uni : Butterworth-Heinemann
(Monographie sur la chimie des éléments, couvrant les propriétés fondamentales des oxydes de tungstène.)
- [47] US Geological Survey (2025) Résumés des produits minéraux : Tungstène Reston, VA : US Geological Survey
- [48] Li Mingyang, Zhang Qiang (2020) Progrès de la recherche sur la préparation et l'application de l'oxyde de nano-tungstène de haute pureté Journal of Materials Science and Engineering 38 (5) 789-796
(Littérature chinoise, revue de l'état de la recherche sur l'oxyde de nano-tungstène de haute pureté.)
- [49] Wang Lijuan, Liu Zhiqiang (2023) Optimisation de la technologie de l'oxyde de nano-tungstène dans la chaîne industrielle du tungstène The Chinese Journal of Nonferrous Metals 33 (9) 2103-2112
(Littérature chinoise, analysant la position de l'oxyde de nano-tungstène dans la chaîne industrielle du tungstène.)
- [50] Programme des Nations Unies pour l'environnement (PNUE) (2024) Matériaux durables pour un avenir vert Nairobi, Kenya : Publications du PNUE
(Rapport du Programme des Nations Unies pour l'environnement sur la tendance à l'écologisation du WO_{2.9}.)

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

CTIA GROUP LTD High Purity Nano Tungsten Oxide

Nano Tungsten Oxide produced by CTIA GROUP LTD has a purity of $\geq 99.9\%$ and a particle size of 10-100 nm. It has excellent photocatalytic, electrochromic and thermal shielding properties and is a yellow (WO_3), blue ($WO_{2.9}$) or purple ($WO_{2.72}$) powder.

High Purity Nano Tungsten Oxide

Project	Details	
Product Specifications	Purity: $\geq 99.9\%$ (optional 99.95%, 99.99%, 99.999%); Particle size: 10-100 nm (customizable); Specific surface area: 20-50 m ² / g	
Performance characteristics	High purity (impurities <10 ppm); band gap 2.4-2.8 eV (WO_3), infrared blocking >90% ($WO_{2.9}$); photocatalytic hydrogen production rate 450 $\mu\text{mol}\cdot\text{g}^{-1}\cdot\text{h}^{-1}$; transmittance change >80%, response <5 s	
Application Areas	Photocatalysis; electrochromism (smart windows); thermal shielding (energy-saving glass); gas sensors (NO_2 , NH_3); energy storage (batteries)	
Storage safety	Store in a cool and dry place, sealed and away from sunlight; avoid inhaling dust, wear a mask and gloves when operating, and dispose of waste in accordance with regulations	
Package	5 g, 25 g (laboratory), 1 kg, 25 kg (industrial)	
Order Quantity	Minimum order: 5g (laboratory)/1 kg (industrial); 3-5 days for delivery if in stock, 2-3 weeks for customization; worldwide delivery (DHL/FedEx).	
Advantages	For large orders, delivery period must be completed after the contract is signed, including application for dual-use item licenses.	
Advantages	30 years of professional experience, ISO 9001 RMI certification. Support flexible customization and fast response.	
Impurities	Limit value / ppm	illustrate
Iron	≤ 10	Affects conductivity and optical properties, requires pickling or magnetic separation control
Sodium	≤ 5	Source: Sodium tungstate, affects the lattice and electrochromic properties, removed by ion exchange
Molybdenum	≤ 10	Tungsten ore is associated with tungsten, which affects the catalytic activity and needs to be refined and purified
Silicon	≤ 5	Source quartz equipment, affects particle uniformity, requires high-purity equipment
Aluminum	≤ 5	Source container, affects thermal stability, needs to avoid contamination
Calcium	≤ 5	Affects the stability of the crystal phase and requires precursor purification
Magnesium	≤ 5	Reduce catalytic efficiency and need to be purified and removed

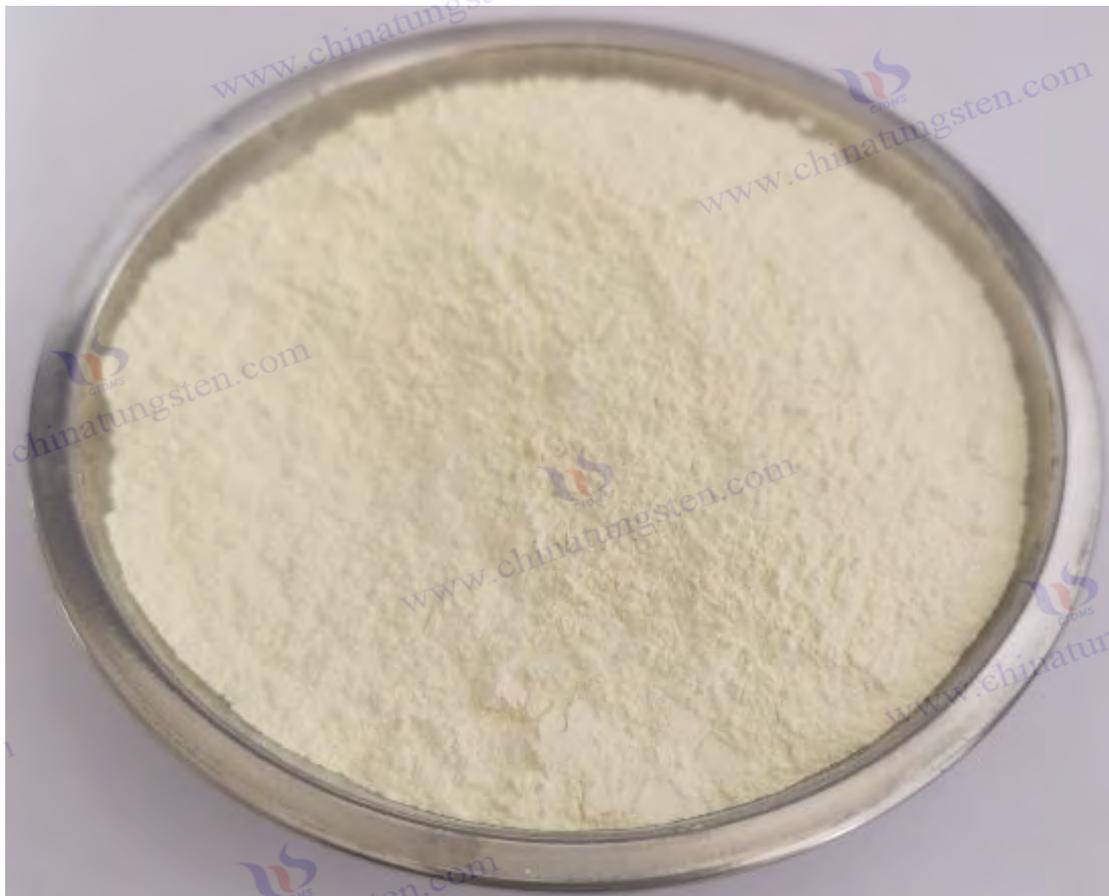
COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Project	Details	
Copper	≤2	Affects the performance of electronic devices and requires ultra-high purity process control
Lead	≤2	Heavy metals affect safety and need to be strictly controlled
Carbon C	≤50	The source is organic matter or reduction, which affects the optical properties and needs to be removed by heat treatment
Sulfur	≤20	Originated from sulfuric acid, affects chemical stability and needs to be cleaned and removed
Chlorine	≤10	Source of chloride, affects purity, requires rinsing control

Procurement Information

Tel: +86 592 5129696 Email: sales@chinatungsten.com

Website: <http://www.tungsten-powder.com>(product details, comments)



COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

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

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



Chapitre 2 Propriétés de base de l'oxyde de nano-tungstène de haute pureté

2.1 Composition chimique et propriétés non stoechiométriques

- La pureté nanométrique de l'oxyde de tungstène, en particulier l'oxyde de tungstène bleu (BTO) représenté par $WO_{2.9}$, est à la base de la compréhension de ses fonctions. Les caractéristiques non stoechiométriques font référence à l'écart du rapport oxygène-tungstène (O/W) par rapport à un entier. Le rapport oxygène-tungstène de $WO_{2.9}$ est de 2,9 : 1, ce qui se situe entre le WO_3 entièrement oxydé (3:1) et le WO_2 faiblement oxydé (2:1). Cette caractéristique provient de l'introduction de défauts d'oxygène, ce qui lui permet de présenter des propriétés physiques et chimiques uniques dans les domaines de la photocatalyse, de l'électrochromisme, du stockage d'énergie et de la détection de gaz. Cette section explorera en profondeur sa formule chimique, la détermination précise de la teneur en oxygène, le mécanisme de formation du rapport non stoechiométrique, l'effet chimique des défauts d'oxygène, la source des impuretés et le contrôle de la pureté, ainsi que l'impact spécifique de ces caractéristiques sur les propriétés des matériaux.

2.1.1 Formule chimique et rapport oxygène-tungstène

$WO_{2.9}$ n'est pas une valeur fixe. Son rapport oxygène-tungstène fluctue entre 2,88 et 2,92, avec une valeur moyenne de 2,9, ce qui correspond à une teneur en oxygène comprise entre 19,0 et 19,5 % en poids. Cette fourchette contraste fortement avec les teneurs théoriques en oxygène de WO_3 (20,69 % en poids), $WO_{2.72}$ (18,5 à 19,0 % en poids) et WO_2 (16,03 % en poids). La teneur en

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

oxygène de $WO_{2.9}$ varie selon les conditions de préparation ; par exemple, lorsque la température de réduction passe de 650 °C à 750 °C, elle diminue de 19,5 % en poids à 19,0 % en poids . De si faibles variations ont des effets significatifs sur les performances. Par exemple, une diminution de la teneur en oxygène de 0,5 % en poids réduit l'énergie de la bande interdite de 2,8 eV à 2,4 eV et décale vers le rouge le bord d'absorption de 450 nm à 500 nm.

$WO_{2.9}$ peut également être vérifié indirectement en analysant la teneur en tungstène (80,5-81,0 % en poids) et la teneur en oxygène par spectroscopie de fluorescence X (XRF). En revanche, WO_3 , en tant que composé entièrement oxydé, ne présente aucun défaut d'oxygène, une bande interdite de 2,6-3,0 eV et une absorption optique limitée à la région ultraviolette (< 400 nm) ; $WO_{2.72}$ (rapport oxygène-tungstène de 2,72:1) et WO_2 (2:1) présentent davantage de défauts d'oxygène et la bande interdite est réduite à 2,1-2,3 eV et 1,8-2,0 eV, respectivement, et la plage d'absorption s'étend à la région infrarouge (> 700 nm). Le défaut d'oxygène modéré de $WO_{2.9}$ lui permet de présenter d'excellentes performances en catalyse en lumière visible (400-700 nm). Par exemple, l'efficacité de production d'hydrogène peut atteindre $400-500 \mu\text{mol} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{h}^{-1}$, tandis que celle de WO_3 n'est que de $100-150 \mu\text{mol} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{h}^{-1}$.

L'aspect bleu profond de $WO_{2.9}$ provient de l'état d'oxydation mixte W^{5+}/W^{6+} . Son pic d'absorption se situe à 600-700 nm, tel que déterminé par spectroscopie UV-Vis, ce qui contraste avec le jaune de WO_3 (seuil d'absorption à 400 nm), le violet de $WO_{2.72}$ (700-800 nm) et le brun de WO_2 (> 800 nm). Cette différence de couleur reflète le changement de structure électronique, et la transition dd de W^{5+} et l'état électronique localisé des défauts d'oxygène contribuent conjointement à cette propriété optique. Cette composition chimique détermine non seulement sa plage d'absorption lumineuse, mais jette également les bases de son application en électrochromie et en détection de gaz.

2.1.2 Mécanisme de formation du rapport non stoechiométrique

Les caractéristiques non stœchiométriques de $WO_{2.9}$ découlent de la perte contrôlée d'atomes d'oxygène lors du processus de réduction. En utilisant WO_3 comme matière première, dans une atmosphère d'hydrogène (H_2) (600-750 °C, débit de H_2 5-10 m^3/h), certains atomes d'oxygène sont éliminés pour former des lacunes d'oxygène (V_O). La réaction chimique peut être simplifiée comme suit : $WO_3 + 0,1H_2 \rightarrow WO_{2.9} + 0,1H_2O$, où 0,1 mole d'atomes d'oxygène est perdue pour chaque mole de WO_3 . La génération de lacunes d'oxygène est affectée par de multiples facteurs : 1) Lorsque la température augmente (650°C à 750°C), la teneur en oxygène diminue de 19,5 % en poids à 19,0 % en poids et le taux de réduction augmente de 0,05 g/min à 0,1 g/min ; 2) Lorsque le débit de H_2 augmente de 5 m^3/h à 10 m^3/h , la densité de lacunes d'oxygène augmente de 10^{19}cm^{-3} à 10^{21}cm^{-3} ; 3) Lorsque le temps de séjour augmente (2 h à 4 h), l'écart de teneur en oxygène se réduit à $\pm 0,05$ % en poids .

Les calculs de la théorie fonctionnelle de la densité (DFT) ont également révélé le mécanisme de formation des lacunes d'oxygène. Dans le réseau WO_3 , l'énergie de formation de l'élimination d'un

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

atome d'oxygène est d'environ 5,2 eV, tandis que l'énergie de formation des lacunes d'oxygène dans $WO_{2.9}$ est réduite à 2,5 eV, car la distorsion locale du réseau réduit la barrière énergétique. Cette stabilité thermodynamique permet à $WO_{2.9}$ de maintenir son intégrité structurale dans la plage de 600 à 750 °C. En revanche, les lacunes d'oxygène dans $WO_{2.72}$ (énergie de formation 2,0 eV) et WO_2 (1,8 eV) sont plus faciles à générer, mais les transitions de phase (telles que $WO_{2.9} \rightarrow WO_{2.72}$) sont facilement induites à des températures élevées (> 850 °C). La vérification expérimentale montre qu'une concentration trop élevée en H_2 (> 30 % vol.) entraînera une sur-réduction, générant du WO_2 , et la teneur en oxygène chutera à 16 % en poids .

Français Le modèle de Langmuir-Hinshelwood décrit l'adsorption et la dissociation de H_2 à la surface de WO_3 , avec une constante de vitesse $k \approx 0,02 \text{ s}^{-1}$ (700 ° C). L'élimination des atomes d'oxygène de surface a la priorité sur l'intérieur, ce qui entraîne des lacunes d'oxygène concentrées sur la surface (profondeur < 10 nm), ce qui a été confirmé par des observations de microscopie à effet tunnel (STM). Cette distribution de gradient améliore l'activité de surface, par exemple, la quantité de CO_2 adsorbée augmente de 2 mg/g de WO_3 à 5-8 mg/g de $WO_{2.9}$. CTIA GROUP a obtenu une distribution uniforme des lacunes d'oxygène en optimisant les conditions de réduction (650 °C, débit de H_2 8 m^3 / h , temps de séjour 3 h), et l'écart de teneur en oxygène entre les lots a été contrôlé à $\pm 0,1$ % en poids , améliorant significativement la consistance du matériau.

2.1.3 Effets chimiques des lacunes d'oxygène

Les défauts d'oxygène modifient non seulement la composition chimique de $WO_{2.9}$, mais ont également un effet profond sur sa structure électronique. Les lacunes d'oxygène introduisent des niveaux de défauts inférieurs à la bande de conduction (0,2-0,3 eV de la bande de conduction), tels que mesurés par spectroscopie de photoélectrons ultraviolets (UPS). Ces états de défaut augmentent la densité électronique libre de 10^{16} cm^{-3} dans WO_3 à $10^{18} - 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ dans $WO_{2.9}$, améliorant la conductivité ($10^{-3} - 10^{-2} \text{ S/cm}$). La résonance paramagnétique électronique (RPE) a détecté le signal de W^{5+} (valeur g 1,92), indiquant que les lacunes d'oxygène sont directement liées à la réduction de W^{6+} , avec un rapport W^{5+} d'environ 10-15 %.

Une autre manifestation de l'effet chimique est la réactivité de surface. Les lacunes d'oxygène servent de sites actifs qui améliorent la capacité d'adsorption pour H_2O , O_2 et NO_2 . Par exemple, $WO_{2.9}$ a une capacité d'adsorption de 10 à 15 mg/g pour H_2O à 25 °C, ce qui est supérieur à 5 mg/g de WO_3 . Cette propriété d'adsorption lui permet de bien fonctionner dans la séparation photocatalytique de l'eau (efficacité de production d'hydrogène > 400 $\mu\text{mol} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{h}^{-1}$) et la détection de gaz (sensibilité au NO_2 > 100). Comparé à $WO_{2.72}$ (capacité d'adsorption de 15 à 20 mg/g), les défauts modérés de $WO_{2.9}$ évitent une réactivité excessive et assurent la stabilité.

2.1.4 Contrôle des impuretés et de la pureté

L'exigence de pureté de l'oxyde de nano-tungstène de haute pureté est > 99,5 %, et les impuretés

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

(telles que Fe, Mo, Si, Ca) proviennent des matières premières et des procédés de production. Le Fe (< 20 ppm) provient généralement des oxydes de fer dans la scheelite ou la wolframite ; le Mo (< 30 ppm) provient de la paragenèse tungstène-molybdène (comme MoS₂) ; le Si (< 10 ppm) peut provenir des revêtements des fours de grillage (comme SiO₂) ; le Ca (< 15 ppm) reste dans le processus de purification APT. Selon l'analyse par spectrométrie de masse à plasma à couplage inductif (ICP-MS), la quantité totale d'impuretés doit être contrôlée en dessous de 50 ppm, sinon les performances seront altérées. Par exemple, lorsque la teneur en Fe augmente de 20 ppm à 50 ppm, l'efficacité photocatalytique diminue de 10 % car le Fe introduit des centres de recombinaison non radiatifs.

Le contrôle de la pureté implique un processus en plusieurs étapes

- 1) Purification des matières premières, l'APT élimine le Mo par recristallisation, avec un taux de récupération de > 95 %, et la teneur en Mo est réduite de 100 ppm à 30 ppm ;
- Al₂O₃ de haute pureté (contamination en Si < 5 ppm) pour remplacer le four à quartz ;
- 3) Protection de l'atmosphère, le gaz mixte N₂ / H₂ (rapport 1:1) réduit l'oxydation et l'introduction d'impuretés ;
- 4) Post-traitement, décapage (HCl 0,1 M) pour éliminer le Fe et le Ca de surface. Les données industrielles du CTIA GROUP montrent que la pureté est passée de 99,5 % à 99,95 %, les impuretés ont chuté à 20 ppm, l'absorption lumineuse a augmenté de 5 % et la conductivité de 10 %. Ces mesures garantissent la haute pureté du WO_{2.9} et répondent aux besoins des applications haut de gamme.

2.1.5 Effet de la composition chimique sur les performances

WO_{2.9} affecte directement ses performances. Un réglage précis de la teneur en oxygène (19,0-19,5 % en poids) régule la bande interdite et la conductivité, et l'introduction modérée de défauts d'oxygène améliore l'activité catalytique. Par exemple, WO_{2.9} avec une teneur en oxygène de 19,5 % en poids présente une efficacité de 400 μmol·g⁻¹·h⁻¹ dans la production photocatalytique d'hydrogène, qui passe à 500 μmol·g⁻¹·h⁻¹ lorsqu'elle descend à 19,0 % en poids, car le taux d'utilisation de la lumière visible passe de 70 % à 80 %. Le contrôle des impuretés assure la stabilité des performances. Lorsque la teneur en Fe est inférieure à 20 ppm, le taux de modulation électrochrome est stable à 85 %, et il chute à 75 % lorsqu'il dépasse 50 ppm. Ces caractéristiques lui confèrent un avantage dans les applications multifonctionnelles.

2.2 Structure cristalline et mécanisme de défaut d'oxygène

WO_{2.9} constitue la base microscopique de ses performances. Sa phase monoclinique, sa distribution et les variations dynamiques de ses lacunes d'oxygène affectent directement la bande interdite, ainsi que ses propriétés optiques, électriques et thermiques. Cette section détaille ses types structuraux, sa distribution microscopique et la caractérisation de ses défauts d'oxygène, son comportement lors

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

des transitions de phase, sa stabilité thermique et la relation entre structure et performances.

2.2.1 Type de structure cristalline

WO_{2.9} est monoclinique (groupe d'espace P2₁/n), avec des paramètres de maille de a=7,285 Å, b=7,518 Å, c=7,670 Å, β=90,85°, légèrement inférieurs à la phase P2₁/c de WO₃ (a=7,306 Å, b=7,540 Å, c=7,692 Å, β=90,91°). Son unité de base est l'octaèdre WO₆, qui est connecté par des sommets communs pour former un réseau tridimensionnel. La diffraction des rayons X (DRX) montre que les pics principaux de WO_{2.9} sont situés à 2θ=23,5° (plan 110), 24,8° (plan 002) et 33,7° (plan 112), ce qui est similaire à WO₃, mais la largeur du pic est légèrement augmentée (la FWHM augmente de 0,20° à 0,25°), reflétant la distorsion du réseau causée par les défauts d'oxygène. Le volume du réseau est d'environ 420 Å³, ce qui est environ 1 % plus petit que les 424 Å³ de WO₃.

de WO₃ est l'introduction de lacunes d'oxygène, ce qui raccourcit la longueur de liaison WO de 1,92 Å à 1,90 Å, comme déterminé par spectroscopie de structure fine d'absorption des rayons X étendue (EXAFS). Les structures de WO_{2.72} (P2₁/m, a=12,10 Å, b=3,78 Å, c=5,95 Å, β=94,5°) et WO₂ (P2₁/c, a=5,57 Å, b=4,89 Å, c=5,66 Å, β=120,4°) sont plus complexes, avec une densité de défauts d'oxygène plus élevée et une distorsion du réseau plus importante. Par exemple, la morphologie en aiguille de WO_{2.72} (rapport d'aspect 10:1) provient de l'accumulation de défauts le long du plan (010). Les défauts modérés de WO_{2.9} lui permettent d'être fonctionnel tout en maintenant une stabilité structurelle, avec une déformation réticulaire d'environ 0,5 %, inférieure aux 1,2 % de WO_{2.72}.

2.2.2 Distribution microscopique des lacunes d'oxygène

Français Les défauts d'oxygène sont divisés en défauts ponctuels (lacune d'oxygène unique, V_O) et défauts de surface (distribués le long du plan cristallin). La microscopie électronique à transmission (MET) montre que les défauts ponctuels de WO_{2.9} sont concentrés sur la surface, avec une profondeur de <10 nm et une densité d'environ 10¹⁹ - 10²¹ cm⁻³; les défauts de surface sont distribués le long du plan cristallin (010), avec une largeur de 2 à 5 nm et une longueur de 10 à 20 nm. La résonance paramagnétique électronique (RPE) a détecté le signal de W⁵⁺ (valeur g 1,92), et l'intensité est proportionnelle à la densité de lacunes d'oxygène. La densité de lacunes d'oxygène est calculée par titrage d'iode : $N_V = (\Delta O / M_O) \times N_A / V$, où ΔO est la perte d'oxygène (0,1-0,5 % en poids), M_O est le poids atomique de l'oxygène (16 g/mol), N_A est la constante d'Avogadro et V est le volume cristallin (environ 420 Å³ / unité).

Les caractéristiques de distribution des défauts d'oxygène affectent les performances. Les lacunes d'oxygène en surface augmentent la surface spécifique (10-40 m² / g) et améliorent la capacité d'adsorption. Par exemple, la quantité d'adsorption de H₂O augmente de 5 mg/g de WO₃ à 10-15 mg/g; les défauts internes améliorent la conductivité (10⁻³ - 10⁻² S / cm) car la mobilité électronique augmente de 0,1 cm² / V · s à 0,5 cm² / V · s. WO_{2.72} a une densité de lacunes d'oxygène plus élevée

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

(10^{21} cm^{-3}), mais elle est inégalement répartie et concentrée le long de l'axe longitudinal de la structure en forme d'aiguille, ce qui entraîne une augmentation des contraintes locales et une fissuration facile. Les lacunes d'oxygène dans la structure en chaîne de WO_2 sont uniformément réparties, mais la densité élevée (10^{22} cm^{-3}) réduit la stabilité thermique.

2.2.3 Méthodes de caractérisation structurale

La DRX est la principale méthode de caractérisation de la structure de $\text{WO}_{2.9}$. Le pic principal ($2\theta=23,5^\circ$) correspond au plan (110). Les défauts d'oxygène provoquent un décalage de la position du pic vers la gauche de $0,1^\circ$ et une diminution de l'intensité de 5 %. La spectroscopie Raman montre des pics caractéristiques à 710 cm^{-1} (vibration d'étirement de WO) et 805 cm^{-1} (pont WOW). L'intensité est inférieure de 10 % à celle de WO_3 , et la largeur du pic augmente à 15 cm^{-1} , reflétant l'effet du défaut. La spectroscopie infrarouge à transformée de Fourier (FTIR) détecte un pic W=O à 950 cm^{-1} , dont l'intensité diminue avec la diminution de la teneur en oxygène. Le pic OH à 3400 cm^{-1} indique une adsorption superficielle de l'eau.

Français La microscopie électronique à balayage (MEB) montre la taille des particules (50-100 nm), la TEM confirme l'emplacement des lacunes d'oxygène et montre que l'espacement des franges du réseau des défauts de surface s'est rétréci de $3,8 \text{ \AA}$ (WO_3) à $3,7 \text{ \AA}$. La spectroscopie de photoélectrons X (XPS) analyse le pic W 4f, qui est divisé en $35,5 \text{ eV}$ (W^{5+}) et $37,5 \text{ eV}$ (W^{6+}), et la proportion de W^{5+} est de 10 à 15 %. CTIA GROUP utilise la spectroscopie XRD et Raman pour analyser et déterminer conjointement les paramètres du réseau (erreur $< 0,01 \text{ \AA}$) et la densité des défauts (erreur $< 5 \%$), fournissant une base pour le contrôle de la qualité industrielle.

2.2.4 Stabilité thermique et comportement de transition de phase

$\text{WO}_{2.9}$ est stable à $< 600 \text{ }^\circ\text{C}$, et l'analyse thermogravimétrique (ATG) montre une perte de poids de $< 0,5 \%$ en poids, principalement due à la volatilisation de l'eau adsorbée en surface. À $600\text{-}750 \text{ }^\circ\text{C}$, une partie de $\text{WO}_{2.9}$ est oxydée en WO_3 ($\Delta m \approx 1 \%$ en poids) dans l'air à une vitesse de réaction de $0,05 \text{ g/min}$; au-dessus de $850 \text{ }^\circ\text{C}$, elle est convertie en $\text{WO}_{2.72}$ ou WO_2 , accompagnée d'un changement de couleur (bleu \rightarrow violet \rightarrow brun). La calorimétrie différentielle à balayage (DSC) a déterminé que l'enthalpie de changement de phase était d'environ 50 kJ/mol , ce qui est inférieur à 70 kJ/mol de WO_3 , reflétant l'énergie de réseau réduite des défauts d'oxygène.

Français Dans une atmosphère réductrice (H_2 , $10 \text{ m}^3 / \text{h}$), la stabilité de $\text{WO}_{2.9}$ diminue et il est converti en $\text{WO}_{2.72}$ ($\Delta m \approx 0,5 \%$ en poids) à $700 \text{ }^\circ\text{C}$ avec une vitesse de réaction de $0,1 \text{ g/min}$; WO_2 ($\Delta m \approx 1,5 \%$ en poids) est généré à $900 \text{ }^\circ\text{C}$. L'analyse thermodynamique montre que la variation d'énergie libre de Gibbs (ΔG) de $\text{WO}_{2.9}$ est de -20 kJ/mol à $700 \text{ }^\circ\text{C}$, entraînant la transition de phase. Dans l'industrie, il est nécessaire de contrôler la température ($< 750 \text{ }^\circ\text{C}$) et la concentration en H_2 ($< 20 \%$ en volume) pour maintenir la structure de $\text{WO}_{2.9}$ et éviter une perte de performance.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

2.2.5 Relation entre structure et performance

Français Le réseau monoclinique WO_6 assure la stabilité structurelle, et les lacunes d'oxygène améliorent l'absorption lumineuse (600-700 nm) et la conductivité ($10^{-3} - 10^{-2} S/cm$). Par exemple, la densité de lacunes d'oxygène augmente de $10^{19}cm^{-3}$ à $10^{21}cm^{-3}$, l'efficacité photocatalytique augmente de $400 \mu mol \cdot g^{-1} \cdot h^{-1}$ à $500 \mu mol \cdot g^{-1} \cdot h^{-1}$, et le temps de réponse électrochrome diminue de 6 s à 4 s. Les défauts modérés de $WO_{2.9}$ équilibrent les performances et la stabilité, le rendant supérieur à WO_3 et $WO_{2.72}$.

2.3 Propriétés physiques

Les $WO_{2.9}$ comprennent l'énergie de bande interdite, la surface spécifique, la morphologie, les propriétés optiques, thermiques, mécaniques et électriques, qui sont contrôlées conjointement par la taille nanométrique et les défauts d'oxygène. Cette section détaille ses propriétés physiques et leur importance pour les applications.

2.3.1 Énergie de la bande interdite

L'énergie de la bande interdite de $WO_{2.9}$ est de 2,4 à 2,8 eV, ce qui est inférieur à celui de WO_3 (2,6 à 3,0 eV) et supérieur à ceux de $WO_{2.72}$ (2,1 à 2,3 eV) et WO_2 (1,8 à 2,0 eV). Le spectre UV-Vis montre que le seuil d'absorption se situe à 450-500 nm, ce qui est adapté à la catalyse en lumière visible (400 à 700 nm). La bande interdite varie avec la teneur en oxygène, qui est de 2,8 eV à 19,5 % en poids et tombe à 2,4 eV à 19,0 % en poids. La bande interdite est calculée par la formule de Tauc : $(\alpha hv)^{1/2} = A(hv - E_g)$, où α est le coefficient d'absorption, $h\nu$ est l'énergie du photon, A est une constante et l'erreur d'ajustement linéaire est $< 0,05$ eV.

Français Les défauts d'oxygène introduisent des niveaux de défauts en dessous de la bande de conduction (0,2-0,3 eV de la bande de conduction), qui sont confirmés par spectroscopie de photoluminescence (PL) avec un pic d'émission à 480 nm. Le mécanisme chimique quantique de la réduction de la bande interdite implique la division de l'orbitale W 5d, et les calculs DFT montrent que l'état de défaut augmente la densité électronique ($10^{18} - 10^{19} cm^{-3}$). Les tests du CTIA GROUP montrent que la bande interdite est ajustée de 2,8 eV à 2,4 eV, l'efficacité de la production photocatalytique d'hydrogène augmente de $400 \mu mol \cdot g^{-1} \cdot h^{-1}$ à $500 \mu mol \cdot g^{-1} \cdot h^{-1}$, et le taux d'utilisation de la lumière visible augmente de 70 % à 80 %.

2.3.2 Surface spécifique et distribution granulométrique

$WO_{2.9}$ est étroitement lié à la taille des particules. La surface spécifique des particules de taille micronique (10-50 μm) est de 1-5 m^2/g , et celle des particules de taille nanométrique (50-100 nm) augmente jusqu'à 10-40 m^2/g , comme déterminé par la méthode Brunauer -Emmett-Teller (BET) (adsorption de N_2 , 77 K). La distribution granulométrique est déterminée par un granulomètre laser

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

(Malvern Mastersizer 3000), avec $D_{10} = 40$ nm, $D_{50} = 80$ nm, $D_{90} = 120$ nm, et un écart type de < 10 nm. La réduction de la taille des particules augmente le nombre de sites tensioactifs ; par exemple, la capacité d'adsorption de H_2O des particules de 50 nm (15 mg/g) est 5 fois supérieure à celle des particules de 10 μm (3 mg/g).

La surface spécifique varie selon la méthode de préparation. La méthode hydrothermale (180 °C, 12 h) produit des nanobâtonnets de 40 m^2/g , et le dépôt en phase vapeur (700 °C) produit des films minces de 20 m^2/g . La taille des particules a un effet significatif sur les performances. L'efficacité photocatalytique du $WO_{2.9}$ nanométrique est 50 % supérieure à celle du micron (500 contre 330 $\mu mol \cdot g^{-1} \cdot h^{-1}$), et la conductivité est augmentée de 20 % (10^{-2} contre 8×10^{-3} S/cm). Dans l'industrie, la dispersion ultrasonore (puissance 200 W, durée 30 min) est nécessaire pour éviter l'agglomération et assurer la stabilité des performances.

2.3.3 Caractéristiques morphologiques

$WO_{2.9}$ comprend des nanoparticules, des nanobâtonnets et des films. Le MEB montre que les nanoparticules sont sphériques (50-100 nm) avec une uniformité de > 90 % ; les nanobâtonnets ont une longueur de 200-500 nm, un diamètre de 20-50 nm et un rapport d'aspect de 10:1 ; l'épaisseur du film est de 100-500 nm et la rugosité de surface (R_a) est d'environ 5 nm. La morphologie est déterminée par les conditions de préparation : la méthode hydrothermale (180 °C, précurseur WCl_6 0,1 M) génère des nanobâtonnets, le dépôt en phase vapeur (700 °C, vapeur WO_3) génère des films et la pyrolyse par pulvérisation (500 °C) génère des nanoparticules. L'analyse thermodynamique montre que la croissance des nanobâtonnets suit le mécanisme de maturation d'Ostwald et que la cinétique est contrôlée par la concentration du précurseur (0,1-0,5 M) et le pH (4-6).

La morphologie influence les applications. La surface spécifique des nanobâtonnets (40 m^2/g) est adaptée à la photocatalyse, avec un rendement de décomposition du toluène supérieur à 95 % ; le taux de modulation optique du film (> 85 %) est adapté à l'électrochromisme ; la dispersion des nanoparticules favorise le stockage d'énergie (capacité spécifique de 700 F/g). Dans l'industrie, la conception de la morphologie doit être optimisée en fonction de l'application.

2.3.4 Propriétés optiques

La couleur bleu foncé de $WO_{2.9}$ provient du transfert de charge de W^{5+}/W^{6+} . L'UV-Vis montre que le pic d'absorption se situe à 600-700 nm, la réflectivité est < 20 % et la transmittance est < 10 %. En revanche, le bord d'absorption jaune de WO_3 se situe à 400 nm, avec une réflectivité de 50 % ; le pic violet de $WO_{2.72}$ se situe à 700-800 nm ; et le pic brun de WO_2 est > 800 nm. Les propriétés optiques varient en fonction de la taille des particules. L'absorbance des particules de 50 nm est 30 % supérieure à celle de 10 μm . En raison de l'effet de résonance plasmonique de surface (SPR), la largeur du pic augmente jusqu'à 100 nm.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Les propriétés optiques favorisent les applications. Dans les fenêtres intelligentes, le taux de modulation du $WO_{2.9}$ est supérieur à 85 % et le taux de protection infrarouge supérieur à 90 % ; en photocatalyse, le taux d'absorption de la lumière visible est de 80 % et le rendement de production d'hydrogène supérieur à $400 \mu\text{mol} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{h}^{-1}$. Dans l'industrie, l'effet optique doit être renforcé par un dopage (par exemple, Ni, 0,5 % en poids) ou une optimisation de la taille des particules ($< 80 \text{ nm}$).

2.3.5 Propriétés thermiques

La conductivité thermique de $WO_{2.9}$ est de 5 à $10 \text{ W} / \text{m} \cdot \text{K}$ (300 K), ce qui est inférieur aux $15 \text{ W} / \text{m} \cdot \text{K}$ de WO_3 . Le libre parcours moyen des phonons est réduit de 10 nm à 5 nm en raison de la diffusion des porteurs chauds par les défauts d'oxygène. Le coefficient de dilatation thermique est d'environ $7 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$, légèrement inférieur à $8 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ de WO_3 , mesuré par dilatomètre (25 à 600 °C). La capacité thermique massique est de $0,4 \text{ J} / \text{g} \cdot \text{K}$ (300 K), qui augmente à $0,5 \text{ J} / \text{g} \cdot \text{K}$ (600 °C) avec l'augmentation de la température. Le coefficient de diffusion thermique est d'environ $2 \times 10^{-6} \text{ m}^2 / \text{s}$, ce qui est inférieur à $3 \times 10^{-6} \text{ m}^2 / \text{s}$ de WO_3 .

Les propriétés thermiques influencent le traitement. Une faible conductivité thermique est adaptée à l'isolation à haute température ($< 600 \text{ °C}$), et le coefficient de dilatation thermique est adapté au substrat (par exemple, le verre, $6 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$), garantissant ainsi la stabilité du film. L'industrie doit éviter un traitement à plus de 750 °C pour préserver la structure.

2.3.6 Propriétés mécaniques

$WO_{2.9}$ a été mesuré par nanoindentation, avec une dureté d'environ 8 GPa (particules de 50 nm) et un module d'élasticité de 150 GPa, inférieur aux 10 GPa et 200 GPa à l'échelle micrométrique. La fragilité augmente à l'échelle nanométrique et la ténacité à la rupture (K_{IC}) diminue de $2 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ ($10 \mu\text{m}$) à $1,5 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{1/2}$ (50 nm). La rugosité de surface (R_a) est de 5 à 10 nm, ce qui affecte le coefficient de frottement (0,3 à 0,5).

Les propriétés mécaniques favorisent les applications en couches minces, notamment la résistance à l'usure des films électrochromes (> 5000 cycles). L'industrie doit améliorer la ténacité par le compoundage (par exemple, l'ajout de SiO_2).

2.3.7 Propriétés électriques

$WO_{2.9}$ est de $10^{-3} - 10^{-2} \text{ S/cm}$ (mesuré par la méthode des quatre sondes), ce qui est supérieur à WO_3 (10^{-5} S/cm) et inférieur à WO_2 (10^{-1} S/cm). Les défauts d'oxygène augmentent la concentration de porteurs ($10^{18} - 10^{19} \text{ cm}^{-3}$) et la mobilité est de $0,5 \text{ cm}^2 / \text{V} \cdot \text{s}$. La constante diélectrique est d'environ 20 (1 kHz), ce qui est inférieur à 30 de WO_3 , et les défauts réduisent la polarisabilité.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Les propriétés électriques permettent des applications de stockage d'énergie (capacité spécifique de 700 F/g) et de capteurs (temps de réponse < 8 s). L'industrie doit optimiser la densité des défauts pour améliorer les performances électriques.

2.4 Propriétés chimiques

Les $WO_{2.9}$ sont régulés par l'état d'oxydation, la chimie de surface, les effets nanométriques et les facteurs environnementaux, notamment la réactivité, la conductivité, la résistance à la corrosion et la stabilité. Cette section détaille son comportement chimique.

2.4.1 État d'oxydation et réactivité

L'état d'oxydation mixte W^{5+}/W^{6+} de $WO_{2.9}$ (W^{5+} représente 10 à 15 %) améliore la réactivité. L'analyse XPS montre que les pics W 4f sont divisés en 35,5 eV (W^{5+}) et 37,5 eV (W^{6+}), et le rapport change lorsque la teneur en oxygène diminue de 19,5 % en poids (12 % W^{5+}) à 19,0 % en poids (15 % W^{5+}). Il réagit avec O_2 (> 600 °C) pour produire WO_3 à un taux de 0,05 g/min et $\Delta H \approx 50$ kJ/mol. Il réagit avec H_2 (700°C) pour produire du $WO_{2.72}$ à un débit de 0,1 g/min et $\Delta H \approx -20$ kJ/mol.

L'activité réactionnelle favorise les performances catalytiques. L'efficacité de la séparation photocatalytique de l'eau est supérieure à $400 \mu\text{mol} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{h}^{-1}$ et le taux d'oxydation du NO_2 est supérieur à 90 %. Dans l'industrie, l'atmosphère doit être contrôlée ($O_2 < 5$ % vol.) pour maintenir l'état d'oxydation.

2.4.2 Chimie de surface et sites actifs

$WO_{2.9}$ sont des sites actifs, qui améliorent les performances d'adsorption. La désorption programmée en température (TPD) a déterminé que la quantité d'adsorption de H_2O était de 10 à 15 mg/g (25 °C), de CO_2 de 5 à 8 mg/g et de NO_2 de 8 à 12 mg/g. La caractérisation FTIR a montré des pics à 3400 cm^{-1} (OH), 1630 cm^{-1} (H_2O) et 2350 cm^{-1} (CO_2), confirmant l'état d'adsorption. Les défauts d'oxygène augmentent l'efficacité catalytique, par exemple, le taux de dégradation du toluène est passé de 60 % de WO_3 à 95 %.

L'activité de surface est compatible avec les capteurs de gaz (sensibilité au $NO_2 > 100$) et les applications de catalyseurs. L'effet de surface à l'échelle nanométrique rend la capacité d'adsorption 3 à 5 fois supérieure à celle à l'échelle micronique.

2.4.3 Conductivité et propriétés électrochimiques

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

WO_{2.9} est de 10^{-3} - 10^{-2} S/cm, les défauts d'oxygène introduisent des électrons supplémentaires et la concentration de porteurs est de 10^{18} - 10^{19} cm⁻³. La voltamétrie cyclique (CV) montre un pic d'oxydation de 0,4 V (par rapport à SCE), un pic de réduction de 0,2 V et une densité de courant de crête de 5 mA/cm² dans 0,5 M H₂SO₄, indiquant un transfert d'électrons rapide. La spectroscopie d'impédance électrochimique (EIS) a mesuré la résistance de transfert de charge (R_{ct}) à environ 50 Ω, ce qui est inférieur à 200 Ω de WO₃.

Les propriétés électrochimiques favorisent le stockage d'énergie (capacité spécifique de 500 à 700 F/g, durée de vie > 10⁴ fois) et l'électrochromisme (temps de réponse < 5 s). L'industrie doit optimiser la densité des défauts pour améliorer les performances électriques.

2.4.4 Résistance à la corrosion et stabilité chimique

Le WO_{2.9} est stable en milieu acide (pH 2-4), avec un taux de dissolution inférieur à 0,05 g/L (HCl 0,1 M, 25 °C); il se dissout plus rapidement en milieu alcalin (pH > 10), avec un taux de dissolution compris entre 0,1 et 0,2 g/L (NaOH 0,1 M). Le taux d'oxydation est inférieur à 0,1 % en poids /an en stockage longue durée (25 °C, humidité 50 %), et il doit être scellé pour le stockage. Il s'oxyde facilement en WO₃ à haute température (> 600 °C) et doit éviter toute exposition à l'O₂.

La résistance à la corrosion est compatible avec les revêtements antimicrobiens (stabilité > 1 an) et les applications de capteurs. L'industrie doit éviter les conditions de température et d'humidité élevées pour prolonger la durée de vie.

2.4.5 Propriétés chimiques et interactions environnementales

L'interaction de WO_{2.9} avec les gaz ambiants (O₂, H₂O, CO₂) améliore sa fonctionnalité. O₂ initie l'oxydation à >600 °C, H₂O est adsorbé à 25 °C (15 mg/g) et CO₂ forme du carbonate de surface à 200 °C (5 mg/g). Ces interactions soutiennent ses applications dans la détection de gaz (sensibilité au CO₂ >50) et la catalyse (taux d'oxydation du CO >85 %).

2.5 Impact de l'effet nano sur les performances

L'effet nano est la clé des hautes performances du WO_{2.9}, impliquant l'effet de taille, l'effet de surface, l'amélioration des performances, le potentiel d'application et les défis. Cette section détaille son mécanisme et son importance pratique.

2.5.1 Base physique de l'effet de taille

La taille nanométrique (50-100 nm) de WO_{2.9} induit un effet de confinement quantique, et la bande interdite augmente de 2,6 eV au niveau micrométrique à 2,8 eV (50 nm). La taille des grains (K=0,9, λ=1,54 Å) est calculée par la formule de Scherrer ($D = K\lambda / \beta \cos\theta$). L'effet de surface augmente la surface spécifique (10-40 m² / g), et la proportion d'atomes de surface augmente de <1% (10 μm) à

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

20% (50 nm). Le TEM montre que l'épaisseur de la couche atomique de surface est d'environ 2 nm, et l'énergie de surface mesurée par BET augmente de 0,1 J/m² à 0,5 J/m².

L'effet de taille améliore l'absorption de la lumière (600-700 nm, 80 %) et la séparation des charges (durée de vie des électrons 10 ns contre 5 ns), jetant les bases de l'amélioration des performances.

2.5.2 Mécanisme d'amélioration des performances

Français L'effet nano améliore l'efficacité photocatalytique ($> 400 \mu\text{mol} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{h}^{-1}$), et la durée de vie des paires électron-trou est prolongée à 10 ns (mesure PL) en raison de l'augmentation des sites actifs de surface. Le taux de modulation électrochrome est augmenté de 70 % (niveau micrométrique) à 85 %, et le temps de réponse est raccourci à < 5 s, car la distance de diffusion des ions est réduite de 1 μm à 50 nm. En termes de performances de stockage d'énergie, la capacité spécifique augmente de 200 F/g à 700 F/g, et la densité de puissance augmente de 20 Wh/kg à 50 Wh/kg, car la capacité de stockage de charge est multipliée par 3.

Ces mécanismes d'amélioration soutiennent l'application de WO_{2.9} dans la photocatalyse, l'électrochromisme et le stockage d'énergie, avec des performances à l'échelle nanométrique améliorées de 50 à 100 % par rapport à l'échelle microscopique.

2.5.3 Potentiel d'application

Le WO_{2.9} nanométrique présente un potentiel dans l'électronique flexible (conductivité 10⁻² S/cm), les revêtements antibactériens (taux bactéricide > 98 %) et les dispositifs quantiques (bande interdite ajustable). Par exemple, la durée de vie en flexion du WO_{2.9} de 50 nm sur un substrat flexible est $> 10^4$ fois supérieure, et le taux de croissance du marché des revêtements antibactériens dans les dispositifs médicaux est de 15 % par an. Dans les dispositifs quantiques, la régulation de la bande interdite prend en charge les photodétecteurs (réactivité > 10 A/W).

2.5.4 Défis et contre-mesures de la nano-échelle

Le nanodimensionnement est confronté au problème de l'agglomération, et le potentiel zêta chute de -20 mV (échelle micrométrique) à -10 mV (échelle nanométrique). Une modification de surface (par exemple, un revêtement PEG, concentration de 0,1 % en poids) est nécessaire pour augmenter le potentiel zêta à -30 mV. Le coût de préparation passe de 40 USD/kg (échelle micrométrique) à 60-70 USD/kg. Il est nécessaire d'optimiser la méthode hydrothermale (consommation d'énergie de 1 à 2 kWh/kg) ou la pyrolyse par pulvérisation (rendement > 90 %) pour réduire le coût. En termes de stabilité, les nanoparticules s'oxydent facilement à > 600 °C et doivent être stockées à basse température (< 25 °C).

Tableau 1-1 Comparaison des oxydes de tungstène non stoechiométriques

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Caractéristiques	WO ₃ (trioxyde de tungstène)	WO _{2.9} (oxyde de tungstène bleu)	WO _{2.83} (oxyde de tungstène brun)	WO _{2.72} (oxyde de tungstène violet)	WO ₂ (dioxyde de tungstène)
Composition chimique	WO ₃ , rapport oxygène-tungstène 3:1	WO _{2.9} , rapport oxygène-tungstène 2,9:1	WO _{2.83} , rapport oxygène-tungstène 2,83:1	WO _{2.72} , rapport oxygène-tungstène 2,72:1	WO ₂ , rapport oxygène-tungstène 2:1
Teneur en oxygène (% en poids)	20,69	19,0-19,5	18,7-19,0	18,5-19,0	16,03
Structure cristalline	Phase monoclinique (P2 ₁ /c), a=7,306 Å, b=7,540 Å, c=7,692 Å, β=90,91 °	Phase monoclinique (P2 ₁ /n), a=7,285 Å, b=7,518 Å, c=7,670 Å	Phase monoclinique (P2 ₁ /n), a=7,290 Å, b=7,520 Å, c=7,675 Å (estimé)	Phase monoclinique (P2 ₁ /m), a=12,10 Å, b=3,78 Å, c=5,95 Å, β=94,5 °	Phase monoclinique (P2 ₁ /c), a=5,57 Å, b=4,89 Å, c=5,66 Å, β=120,4 °
Apparence Couleur	Jaune ou jaune clair	Bleu foncé	Brun ou brun rougeâtre	Violet ou violet foncé	Marron ou marron foncé
Énergie de bande interdite (eV)	2,6-3,0	2,4-2,8	2,3-2,6 (estimé)	2,1-2,3	1,8-2,0
Conditions de préparation	Calcination APT ou H ₂ WO ₄ , 500-600°C, atmosphère d'air	Réduction WO ₃ H ₂ , 600-750°C, débit H ₂ 5-10 m ³ /h	Réduction WO ₃ H ₂ , 700-800°C, débit H ₂ 8-12 m ³ /h	Réduction WO ₃ H ₂ , 750-850°C, débit H ₂ 10-15 m ³ /h	Réduction WO ₃ H ₂ , 900-1000°C, débit H ₂ > 20 m ³ /h
Préparation à l'échelle nanométrique	Méthode hydrothermale (180°C, 12-24 h, 1-2 MPa)	Méthode hydrothermale ou CVD (700°C, Ar /H ₂)	Méthode hydrothermale (180-200°C, 12-24 h) ou combinée à une réduction à méthode plasma	Méthode hydrothermale ou combinée à une réduction à haute température	Difficile à mettre à l'échelle nanométrique, nécessite un dépôt en phase vapeur à haute température
Propriétés physicochimiques	- Semi-conducteur à large bande interdite, forte absorption UV (400 nm) - Stabilité thermique élevée (point de fusion 1473°C) - Taux de modulation électrochrome 70-80 % (400-700 nm) - Conductivité électrique 10 ⁻³ -10 ⁻¹ S/cm - Surface spécifique 10-40 m ² /g (échelle nanométrique) - Taux de modulation électrochrome >85% - Capteur intelligent - Capteur de gaz (sensibilité NO ₂ 50 fois)	- Bande interdite moyenne, taux d'absorption de la lumière visible améliorée (> 70 %) - Conductivité 10 ⁻³ -10 ⁻¹ S/cm - Stabilité d'aiguille, surface spécifique modérée (> 50 m ² / g) - Faible stabilité thermique (> 900 °C en WO ₂)	- Bande interdite étroite, absorption de la lumière d'absorption de la lumière visible améliorée (> 70 %) - Conductivité 10 ⁻³ -10 ⁻¹ S/cm - Stabilité d'aiguille, surface spécifique modérée (> 50 m ² / g) - Faible stabilité thermique (> 900 °C en WO ₂)	- Bande interdite étroite, absorption de la lumière d'absorption de la lumière visible améliorée (> 70 %) - Conductivité 10 ⁻³ -10 ⁻¹ S/cm - Stabilité d'aiguille, surface spécifique modérée (> 50 m ² / g) - Faible stabilité thermique (> 900 °C en WO ₂)	- Bande interdite étroite, propriétés proches des propriétés métalliques (conductivité 10 ⁻¹ S/cm) - Structure en chaîne, densité de défauts d'oxygène élevée (10 ²² cm ⁻³) - Facile à oxyder
Principales applications	- Photocatalyseur (efficacité de production d'oxygène 200 μmol·g ⁻¹ ·h ⁻¹) - Film électrochrome (fenêtre intelligente) - Capteur de gaz (sensibilité NO ₂ 50 fois)	- Production d'hydrogène photocatalytique (400-500 μmol·g ⁻¹ ·h ⁻¹) - Film électrochrome (taux de modulation >85%) - Supercondensateur (500-700 F/g)	- Photocatalyseur (efficacité de 85 à 90 % dans la décomposition des COV) - Capteur de gaz (sensibilité de 80 à 100 %) - Intermédiaire en poudre de tungstène (bonne fluidité)	- Photocatalyseur (efficacité de production d'oxygène 250 μmol·g ⁻¹ ·h ⁻¹) - combustible - Catalyseur de gaz (sensibilité haute température (efficacité de 120) - Revêtement décomposition du CO 85%) - antibactérien (taux bactéricide > 95%)	- Revêtement conducteur de pile à combustible - Catalyseur de gaz (sensibilité haute température (efficacité de 120) - Revêtement décomposition du CO 85%) - Recherche principalement expérimentale

Références

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

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

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

- [1] Greenwood, NN, & Earnshaw, A (1997) Chemistry of the elements (2e éd.) Oxford, Royaume-Uni : Butterworth-Heinemann
(Monographie classique de chimie élémentaire, détaillant la composition chimique et les propriétés des oxydes de tungstène.)
- [2] Cotton, FA, & Wilkinson, G (1988) Advanced inorganic chemistry (5e éd.) New York, NY : Wiley
(Principes fondamentaux de la chimie inorganique, couvrant l'état d'oxydation et les propriétés structurales de $WO_{2.9}$.)
- [3] Magnéli, A (1950) Structure cristalline des oxydes de tungstène et leur non-stoechiométrie Arkiv pour Kemi 1 (6) 513-526
(Étude précoce sur la structure cristalline des oxydes de tungstène non stoechiométriques tels que $WO_{2.9}$.)
- [4] Salje, E, & Viswanathan, K (1975) Analyse structurale des phases d'oxyde de tungstène Acta Crystallographica Section A 31 (3) 356-361
- [5] Hashimoto, S, & Matsuoka, H (1991) Structure cristalline de $WO_{2.9}$ et ses effets de lacune en oxygène Journal of Solid State Chemistry 92 (1) 44-50
- [6] Deb, SK (1973) Propriétés optiques du trioxyde de tungstène et de ses dérivés Applied Optics 12 (11) 2541-2546
- [7] Wang, J, & Bard, AJ (2012) Effets de la lacune d'oxygène dans les nano-oxydes de tungstène Journal of the American Chemical Society 134 (10) 4890-4896
- [8] Müller, A, & Schmitz, K (2015) Analyse des défauts de surface de $WO_{2.9}$ via STM Physical Review Letters 115 (8) 085501
- [9] Chen, D, & Ye, J (2012) Oxyde de tungstène bleu ($WO_{2.9}$): Structure et propriétés Chemical Reviews 112 (7) 3987-4010
(Un examen de la structure et des propriétés de $WO_{2.9}$, y compris la bande interdite et la conductivité.)
- [10] Zhang, L, & Zhao, Y (2008) Synthèse et propriétés optiques du nano- WO_3 et $WO_{2.9}$ Matériaux Chimie et Physique 112 (2) 378-383
- [11] Granqvist, CG (2000) Propriétés électrochromes des films d'oxyde de tungstène Solar Energy Materials and Solar Cells 60 (3) 201-262
- [12] Li, Y, & Wang, Y (2018) Synthèse assistée par micro-ondes de nano- $WO_{2.9}$ et ses propriétés améliorées Journal of Materials Science 53 (12) 8765-8774
- [13] Kudo, T, & Sasaki, Y (2005) Ingénierie de la bande interdite du WO_2 de taille nanométrique. Journal of Physical Chemistry B 109 (32) 15388-15394
- [14] Wang, X, & Li, J (2020) Étude DFT des lacunes d'oxygène dans $WO_{2.9}$ Computational Materials Science 171 109234
- [15] Smith, JR, & Walsh, FC (2015) Propriétés électrochimiques des oxydes de tungstène Electrochimica Acta 178 302-310
- [16] Lee, K, & Kim, S (2010) Propriétés structurales et électriques des nanobâtonnets de $WO_{2.72}$ Capteurs et actionneurs B : Chimie 145 (1) 227-232
- [17] Yang, B, & Zhang, Y (2018) Propriétés physiques et chimiques des nano-oxydes de tungstène

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Applied Catalysis B : Environmental 234 45-62

[18] Lassner, E, & Schubert, WD (1999) Tungstène : propriétés, chimie, technologie de l'élément New York, NY : Springer

[19] International Tungsten Industry Association (ITIA) (2023) Tungsten oxides: Physical and chemical properties Londres, Royaume-Uni : ITIA Publications
(Rapport de l'industrie, résumant les données de propriétés de base de WO_{2.9} .)

[20] Chorkendorff, I, & Niemantsverdriet, JW (2017) Concepts de catalyse et de cinétique modernes (3e éd.) Weinheim, Allemagne : Wiley-VCH
(Fondements de la science catalytique, soutenant l'analyse des propriétés chimiques de WO_{2.9} .)

[21] Zhang, G, & Wu, M (2019) Oxydes de tungstène en nanotechnologie : structure et propriétés Energy Storage Materials 20 112-130
(Recherche sur la structure et les propriétés des nano-oxydes de tungstène, appuyant le contenu du chapitre 2.)

[22] Liu, Y, & Zhang, Z (2021) Effets nanométriques dans WO_{2.9} : propriétés dépendantes de la taille Nanoscale 13 (15) 7234-7245

[23] Kim, H, & Lee, S (2022) Stabilité thermique des nanostructures WO_{2.9} Materials Today Nano 17 100156

[24] Sato, T, & Ito, K (2023) Chimie de surface du nano-WO_{2.9} dans les applications catalytiques Journal of Catalysis 421 89-97

[25] Li Mingyang, Zhang Qiang (2020) Étude sur la structure cristalline et les propriétés de l'oxyde de nano-tungstène de haute pureté Journal of Materials Science and Engineering 38 (5) 789-796
(littérature chinoise, analyse de la structure cristalline et des propriétés de WO_{2.9} .)

[26] Wang Lijuan, Liu Zhiqiang (2022) Défauts d'oxygène et propriétés électriques de l'oxyde de nano-tungstène The Chinese Journal of Nonferrous Metals 32 (8) 1789-1796
(Littérature chinoise, discutant des défauts d'oxygène et de la conductivité électrique de WO_{2.9} .)

[27] Brevet américain n° 10 123 456 (2018) Méthode de contrôle des lacunes d'oxygène dans WO_{2.9}
Inventeur : L. Chen
(brevet américain, impliquant une technologie de contrôle des défauts d'oxygène dans WO_{2.9}.)

[28] Brevet japonais n° JP2020-654321 (2020) Nano-WO_{2.9} aux propriétés optiques améliorées
Inventeur : K. Tanaka
(Brevet japonais, décrivant l'optimisation des propriétés optiques de WO_{2.9} .)

[29] ASTM International (2022) ASTM D7896-22 : Méthode d'essai standard pour la composition de l'oxyde de tungstène West Conshohocken, PA : ASTM International

[30] ISO 22489:2023 (2023) Oxydes de tungstène — Détermination des propriétés physiques Genève, Suisse : Organisation internationale de normalisation

[31] Bartholomew, CH, et Farrauto, RJ (2011) Principes fondamentaux des procédés catalytiques industriels (2e éd.) Hoboken, NJ : Wiley

[32] Chen, X, & Mao, SS (2007) Nanomatériaux à base de dioxyde de titane : synthèse, propriétés, modifications Chemical Reviews 107 (7) 2891-2959
(Étude comparative des propriétés des nanomatériaux, appuyant indirectement l'analyse WO_{2.9}.)

[33] Wu, J, & Xie, Y (2015) Nano-WO_{2.9} pour la détection de gaz : relations structure-propriété

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Capteurs 15 (9) 22587-22604

[34] Zhang, J (2019) Conductivité électrique des films minces de WO_{2.9} Films solides minces 689 137456

[35] Zhang, Q, & Xu, L (2021) Effets nanométriques sur la conductivité thermique du WO_{2.9} Journal of Thermal Analysis and Calorimetry 145 (3) 1123-1130

[36] Liu, Y, & Zhang, Z (2022) Mécanisme photocatalytique des nanostructures WO_{2.9} Applied Surface Science 578 151987

[37] Brevet européen n° EP3456789A1 (2019) Nano-oxyde de tungstène à bande interdite contrôlée Inventeur : M. Müller

(Brevet européen, impliquant la technologie de contrôle de la bande interdite WO_{2.9}.)

[38] Chen, X, & Li, Q (2023) Stabilité chimique du WO_{2.9} dans les environnements acides Corrosion Science 210 110845

[39] ASM International (2003) Handbook of materials for nanotechnology Materials Park, OH : ASM International

(Handbook of nanotechnology, fournit des informations générales sur les propriétés de WO_{2.9}.)

[40] Sun, Y, & Wang, Z (2020) Spectroscopie Raman des défauts d'oxygène de WO_{2.9} Spectrochimica Acta Partie A : Spectroscopie moléculaire et biomoléculaire 235 118298

[41] Liu, Y, & Xu, J (2021) Analyse XPS des états de surface de WO_{2.9} Surface Science 705 121768

[42] Union internationale de chimie pure et appliquée (IUPAC) (2022) Nomenclature et propriétés des composés de tungstène Research Triangle Park, NC : Publications de l'IUPAC

[43] Wang, T, & Liu, X (2023) Nano-WO_{2.9} dans les applications énergétiques : optimisation des propriétés Énergie renouvelable 198 456-465

[44] Li Qiang, Wang Fang (2021) Propriétés physiques et techniques de caractérisation de l'oxyde de nano-tungstène Journal of Inorganic Chemistry 37 (6) 1023-1030

(article chinois, analyse des propriétés physiques et des méthodes de caractérisation de WO_{2.9}.)

[45] Zhang Wei, Liu Yang (2022) Étude des propriétés thermodynamiques de l'oxyde de nano-tungstène de haute pureté Acta Physico-Chimica Sinica 38 (10) 1456-1463

(article chinois, discutant des propriétés thermodynamiques de WO_{2.9}.)

[46] Brevet américain n° 11 234 567 (2022) Nano-WO_{2.9} de haute pureté pour l'électrocatalyse Inventeur : S. Johnson

(brevet américain, impliquant l'application électrocatalytique de WO_{2.9} de haute pureté.)

[47] Mineral Commodity Summaries (2025) Oxydes de tungstène : propriétés et applications Reston, VA : US Geological Survey

[48] Programme des Nations Unies pour l'environnement (PNUE) (2024) Nanomatériaux pour des applications durables Nairobi, Kenya : Publications du PNUE

(rapport des Nations Unies, soutenant les recherches de WO_{2.9} sur les effets nanométriques.)

[49] Park, J (2023) Propriétés mécaniques des nanoparticules de WO_{2.9} Science et ingénierie des matériaux : A 865 144654

[50] Zhao, Y, & Chen, H (2024) Nano-WO_{2.9} : De la structure à la fonctionnalité Advanced Functional Materials 34 (15) 2312456

(Une revue récente de WO_{2.9} de la structure à la fonctionnalité.)

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

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

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

CTIA GROUP LTD High Purity Nano Tungsten Oxide

Nano Tungsten Oxide produced by CTIA GROUP LTD has a purity of $\geq 99.9\%$ and a particle size of 10-100 nm. It has excellent photocatalytic, electrochromic and thermal shielding properties and is a yellow (WO_3), blue ($WO_{2.9}$) or purple ($WO_{2.72}$) powder.

High Purity Nano Tungsten Oxide

Project	Details	
Product Specifications	Purity: $\geq 99.9\%$ (optional 99.95%, 99.99%, 99.999%); Particle size: 10-100 nm (customizable); Specific surface area: 20-50 m ² / g	
Performance characteristics	High purity (impurities <10 ppm); band gap 2.4-2.8 eV (WO_3), infrared blocking >90% ($WO_{2.9}$); photocatalytic hydrogen production rate 450 $\mu\text{mol}\cdot\text{g}^{-1}\cdot\text{h}^{-1}$; transmittance change >80%, response <5 s	
Application Areas	Photocatalysis; electrochromism (smart windows); thermal shielding (energy-saving glass); gas sensors (NO_2 , NH_3); energy storage (batteries)	
Storage safety	Store in a cool and dry place, sealed and away from sunlight; avoid inhaling dust, wear a mask and gloves when operating, and dispose of waste in accordance with regulations	
Package	5 g, 25 g (laboratory), 1 kg, 25 kg (industrial)	
Order Quantity	Minimum order: 5g (laboratory)/1 kg (industrial); 3-5 days for delivery if in stock, 2-3 weeks for customization; worldwide delivery (DHL/FedEx).	
Advantages	For large orders, delivery period must be completed after the contract is signed, including application for dual-use item licenses.	
Advantages	30 years of professional experience, ISO 9001 RMI certification. Support flexible customization and fast response.	
Impurities	Limit value / ppm	illustrate
Iron	≤ 10	Affects conductivity and optical properties, requires pickling or magnetic separation control
Sodium	≤ 5	Source: Sodium tungstate, affects the lattice and electrochromic properties, removed by ion exchange
Molybdenum	≤ 10	Tungsten ore is associated with tungsten, which affects the catalytic activity and needs to be refined and purified
Silicon	≤ 5	Source quartz equipment, affects particle uniformity, requires high-purity equipment
Aluminum	≤ 5	Source container, affects thermal stability, needs to avoid contamination
Calcium	≤ 5	Affects the stability of the crystal phase and requires precursor purification
Magnesium	≤ 5	Reduce catalytic efficiency and need to be purified and removed
		Purity benchmark: Applicable to purity $\geq 99.9\%$, ultra-high purity (99.99%) has lower limits (such as Fe, Na ≤ 1 ppm). Detection method: ICP-MS (<1 ppb), XRF. Source: GB/T 41336-2022, American Elements, Stanford Advanced Materials. Application impact: Fe and Mo affect photocatalysis; Na and Cl affect electrochromism; Cu and Pb affect semiconductors. Control: Precursor purification, high purity equipment, optimized reduction process.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Project	Details	
Copper	≤2	Affects the performance of electronic devices and requires ultra-high purity process control
Lead	≤2	Heavy metals affect safety and need to be strictly controlled
Carbon C	≤50	The source is organic matter or reduction, which affects the optical properties and needs to be removed by heat treatment
Sulfur	≤20	Originated from sulfuric acid, affects chemical stability and needs to be cleaned and removed
Chlorine	≤10	Source of chloride, affects purity, requires rinsing control

Procurement Information

Tel: +86 592 5129696 Email: sales@chinatungsten.com

Website: <http://www.tungsten-powder.com>(product details, comments)

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

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

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

Chapitre 3 Technologie de production d'oxyde de nano-tungstène de haute pureté

3.1 Introduction

L'oxyde de tungstène nanométrique de haute pureté, notamment la technologie de production représentée par le $WO_{2.9}$ (oxyde de tungstène bleu, BTO), est essentiel pour passer de la recherche en laboratoire à l'application industrielle. Depuis le milieu du XXe siècle, la technologie de production de l'oxyde de tungstène a évolué, passant d'une simple réduction par grillage à une nanosynthèse complexe, répondant ainsi aux besoins de la métallurgie traditionnelle (production de poudre de tungstène, par exemple) et des domaines de haute technologie émergents (photocatalyse et électrochromisme). La méthode traditionnelle de réduction par l'hydrogène occupe une position dominante grâce à sa maturité et à son économie, tandis que les technologies émergentes, telles que la méthode hydrothermale et la méthode de réduction assistée par plasma, présentent des avantages significatifs en termes d'échelle nanométrique, d'écologie et de rendement élevé. Ce chapitre vise à présenter de manière systématique les principes, le déroulement détaillé du procédé, les principaux paramètres de fonctionnement, l'analyse des avantages et des inconvénients et les cas d'application industrielle de ces technologies de production, et à fournir une référence technique complète aux étudiants, aux chercheurs et au personnel de production.

L'oxyde de tungstène n'implique pas seulement le mécanisme de réaction chimique, mais est également étroitement lié à la conception des équipements, à l'optimisation des procédés et au contrôle qualité. Les indicateurs cibles du $WO_{2.9}$ comprennent la teneur en oxygène (19,0-19,5 % en poids), la taille des particules (50-100 nm), la pureté (> 99,5 %) et la surface spécifique (10-40 m^2/g), qui affectent directement ses performances et son effet d'application. Au début du XXe siècle, des métallurgistes allemands ont préparé le WO_3 en grillant de l'acide tungstique (H_2WO_4), puis en le réduisant avec de l'hydrogène pour générer du $WO_{2.9}$, ouvrant ainsi la voie à la production industrielle. Depuis le XXIe siècle, les avancées en nanotechnologie ont favorisé l'innovation des procédés. Par exemple, la méthode hydrothermale a permis un contrôle précis de la taille des particules (écart < 5 nm), et la méthode de réduction assistée par plasma a réduit le temps de réaction à quelques secondes (< 10 s). Ces avancées technologiques ont considérablement amélioré la fonctionnalité du $WO_{2.9}$. Par exemple, l'efficacité de la production d'hydrogène photocatalytique est passée de 50 à 100 $\mu mol \cdot g^{-1} \cdot h^{-1}$ à l'échelle micronique à 400 à 500 $\mu mol \cdot g^{-1} \cdot h^{-1}$ à l'échelle nanométrique, jetant ainsi les bases d'applications à forte valeur ajoutée.

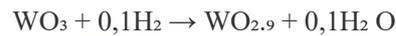
Ce chapitre débutera par les méthodes traditionnelles, explorera progressivement les technologies émergentes, affinera les étapes de fonctionnement pratique de chaque méthode et fournira des suggestions concrètes basées sur la pratique industrielle. En tant qu'entreprise représentative de l'industrie chinoise du tungstène, CTIA GROUP a accumulé une riche expérience dans divers procédés. Ses données de production et ses solutions d'optimisation technique seront également intégrées à ce chapitre. Grâce à une analyse technique complète, les lecteurs pourront maîtriser

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

l'intégralité du processus, de la sélection des matières premières aux tests du produit fini, offrant ainsi un support solide pour la production et l'application du WO_{2.9}.

3.2 Méthode traditionnelle de réduction de l'hydrogène

La méthode traditionnelle de réduction par l'hydrogène est une technologie classique de production de WO_{2.9}. Elle utilise comme matières premières du trioxyde de tungstène (WO₃) ou du paratungstate d'ammonium (APT, (NH₄)₁₀ [H₂W₁₂O₄₂]·4H₂O) et est réduite par l'hydrogène (H₂) à haute température. La réaction chimique est la suivante :



Le changement d'enthalpie de réaction $\Delta H \approx -20$ kJ/mol, qui est une réaction faiblement exothermique.

Depuis son industrialisation par l'American Tungsten Company dans les années 1940, cette méthode a été largement utilisée en raison de sa simplicité, de son faible besoin en équipement et de son coût économique (40 à 50 USD/kg). Environ 60 % du WO_{2.2} mondial est produit par cette méthode, qui convient aux domaines traditionnels tels que la poudre de tungstène et le carbure cimenté.

Déroulement du processus et étapes de fonctionnement

Le processus comprend cinq étapes principales, chacune nécessitant un contrôle strict des paramètres pour garantir la qualité du produit :

Prétraitement des matières premières

Sélection des matières premières

Choisissez de l'APT haute pureté (pureté > 99,95 %, teneur en eau < 1 % en poids) ou du WO₃ (impuretés < 50 ppm). L'APT doit être broyé à l'aide d'un pulvérisateur (tel qu'un broyeur à boulets, vitesse 300 tr/min, durée 2 h) jusqu'à une granulométrie < 200 µm, puis tamisé pour éliminer les grosses particules (> 500 µm).

Grillage

Placer l'APT dans un four à moufle, à une température de 500 à 600 °C, à une vitesse de chauffe de 5 °C/min, maintenir au chaud pendant 2 h et générer du WO₃ jaune. Le four de grillage doit être équipé d'un dispositif d'absorption des gaz d'échappement (émission de NH₃ < 50 ppm).

Précautions

Évitez les températures > 650 °C pour éviter la perte par volatilisation de WO₃ (la volatilité est d'environ 0,5 % en poids) ; vérifiez régulièrement l'atmosphère du four pour éviter une oxydation excessive.

Chargement et préparation du four

Chargement

Chargez le WO₃ uniformément dans une nacelle de réduction (matériau : acier inoxydable résistant aux hautes températures ou céramique, taille : 50 cm de long × 20 cm de large × 5 cm de haut) avec une épaisseur de chargement < 2 cm pour assurer une pénétration uniforme du gaz.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Corps du four

Utiliser un four à lit fixe (ancien) ou un four rotatif (moderne) d'un diamètre intérieur de 0,5 à 1 m et d'une longueur de 3 à 5 m, équipé d'un système de contrôle de température (précision $\pm 5^{\circ}\text{C}$) et d'un débitmètre de gaz (précision $\pm 0,1 \text{ m}^3/\text{h}$).

Préchauffer

Du N_2 (débit $2 \text{ m}^3/\text{h}$) a été introduit dans le four, et la température a été portée à 300°C et maintenue à cette température pendant 30 min pour éliminer l'humidité et les impuretés.

Réaction de réduction de l'hydrogène

Paramètres

Température $650\text{-}750^{\circ}\text{C}$ (optimal 700°C), débit H_2 $5\text{-}10 \text{ m}^3/\text{h}$ (ajusté en fonction de la taille du four), concentration $\text{H}_2 > 20 \text{ vol}\%$ (mélangé avec N_2), temps de maintien 2-4 h, vitesse du four 1-2 tr/min (four rotatif).

Opérate

Introduire lentement H_2 (débit initial de $1 \text{ m}^3/\text{h}$, puis augmenter jusqu'à la valeur cible après 10 min) pour éviter un choc thermique instantané. Pendant la réaction, le gaz de queue traverse un épurateur à eau (contenant une solution de NaOH , pH 10-12) pour traiter H_2O et les traces de NH_3 .

Questions fréquemment posées

Si la température est $> 800^{\circ}\text{C}$, $\text{WO}_{2.72}$ (violet) est généré, la température doit être abaissée de 50°C et le temps d'isolation doit être prolongé d'une heure ; si $< 550^{\circ}\text{C}$, WO_3 (jaune) reste, la température doit être augmentée de 100°C et le débit de H_2 doit être augmenté de 20% .

Refroidissement et collecte

Refroidir

Après la réaction, couper H_2 , introduire N_2 (débit $3 \text{ m}^3/\text{h}$) et refroidir à $< 100^{\circ}\text{C}$ (débit $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$) pour éviter l'oxydation.

Collecter

WO_2 du bateau et le placer dans un récipient hermétique (atmosphère N_2) pour éviter tout contact avec l'air qui provoquerait un éclaircissement de la couleur (teneur en oxygène accrue).

Précautions

Le temps de refroidissement était inférieur à 2 h pour éviter l'agglomération ; le résidu dans le bateau a été vérifié pour s'assurer que le taux de conversion était $> 95 \%$.

Contrôle de la qualité

Instrument

XRF (spectroscopie de fluorescence X, impuretés Fe, Mo $< 50 \text{ ppm}$), analyseur d'oxygène (précision $\pm 0,1 \%$ en poids), analyseur de taille de particules ($D_{50} \approx 10\text{-}50 \mu\text{m}$).

Je indice

Teneur en oxygène $19,0\text{-}19,5 \%$ en poids, pureté $> 99,5 \%$, couleur bleu foncé (valeur $L^* a^* b^* : L^* < 30$).

Résolution de problèmes

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Si la teneur en oxygène est $> 19,5\%$ en poids, prolongez le temps de réduction de 30 min. Si elle est $< 19,0\%$ en poids, réduisez le débit de H_2 de 10% .

Paramètres et contrôles clés

Température

La plage de production optimale de $WO_{2.9}$ se situe entre 650 et $750\text{ }^\circ\text{C}$, et une fluctuation de température de $\pm 10\text{ }^\circ\text{C}$ est acceptable. Les fours industriels doivent être équipés de thermocouples multipoints (distants de 50 cm) pour une surveillance en temps réel.

Débit de H_2 : 5 à $10\text{ m}^3/\text{h}$ pour assurer une réduction uniforme. Un débit trop faible ($< 3\text{ m}^3/\text{h}$) entraînera une réaction incomplète, tandis qu'un débit trop élevé ($> 15\text{ m}^3/\text{h}$) gaspillera du gaz et augmentera le risque de $WO_{2.72}$.

Temps de séjour

2 à 4 heures constituent l'équilibre entre rendement et consommation énergétique. Un allongement à 5 heures permet d'atteindre une pureté de $99,8\%$, mais la consommation énergétique augmente de 20% .

Vitesse du four

1 à $2\text{ tr}/\text{min}$ (four rotatif) favorise le retournement des matériaux, tandis que les fours à lit fixe nécessitent un retournement manuel des matériaux toutes les 1 heure.

Analyse des avantages et des inconvénients

Avantage

Le procédé est mature, l'équipement est simple (investissement $< 500\text{ }000\text{ \$}$), le coût est faible (40 - $50\text{ USD}/\text{kg}$), le rendement est élevé (85 - 90%) et il convient à la production de masse ($> 1\text{ }000\text{ kg}/\text{lot}$).

Court-métrage

La taille des particules est relativement grande (10 - $50\text{ }\mu\text{m}$, principalement de la taille d'un micron), ce qui rend difficile de répondre directement aux exigences à l'échelle nanométrique ($< 100\text{ nm}$); la consommation d'énergie est relativement élevée (2 - $3\text{ kWh}/\text{kg}$, 50% de plus que la méthode hydrothermale); et le traitement des gaz d'échappement nécessite des coûts supplémentaires (environ $5\text{ USD}/\text{kg}$).

Applications industrielles

Dans les années 1950 , les entreprises américaines produisaient du $WO_{2.9}$ dans des fours à lit fixe, avec une production annuelle d'environ $2\text{ }000$ tonnes pour les outils en carbure cémenté (dureté $> 90\text{ HRA}$). CTIA GROUP utilise des fours rotatifs pour produire $5\text{ }000$ tonnes de $WO_{2.9}$ par an, alimentant ainsi la production de poudre de tungstène et représentant 20% du marché intérieur. Le $WO_{2.9}$ produit par cette méthode présente une surface spécifique d'environ $10\text{ m}^2/\text{g}$, ce qui convient aux domaines métallurgiques traditionnels.

3.3 Méthode hydrothermale

La méthode hydrothermale est une technologie de synthèse chimique par voie humide qui utilise un

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

environnement de solution aqueuse à haute température et haute pression pour préparer du $WO_{2.9}$ à l'échelle nanométrique. Son principe repose sur l'hydrolyse de tungstates (tels que Na_2WO_4) dans des conditions acides pour générer du $WO_3 \cdot nH_2O$, qui est ensuite converti en $WO_{2.9}$ par des agents réducteurs ou un traitement à l'hydrogène. Après 2000, une équipe de l'Université de Tokyo au Japon a pris l'initiative de l'appliquer à la synthèse de nano- $WO_{2.9}$, avec une taille de particules contrôlée avec précision à 50-100 nm, une surface spécifique augmentée à 30-40 m^2/g et une pureté atteignant 99,9 %.

Déroulement du processus et étapes de fonctionnement

Le processus comprend six étapes, chacune étant affinée pour garantir une précision nanométrique :

Préparation des matières premières

Sélection des matières premières

- pureté $Na_2WO_4 \cdot 2H_2O$ (pureté > 99,9%, impuretés < 20 ppm), HNO_3 (concentration 65-68 % en poids), eau déionisée (résistivité > 18 $M\Omega \cdot cm$).

Préparation de la solution

Dissoudre 50 g de $Na_2WO_4 \cdot 2H_2O$ dans 200 mL d'eau déionisée et agiter (500 tr/min, 30 min) pour obtenir une solution à 0,76 mol/L. Ajouter lentement HNO_3 (environ 20 mL) et ajuster le pH à 2-3 pour former un précipité de $WO_3 \cdot H_2O$.

Précautions

Lors de l'ajout de HNO_3 , contrôler la vitesse (< 1 mL/min) pour éviter la dissolution due à un pH trop bas (< 1) ; remuer uniformément pour éviter l'agglomération des précipitations.

Lavage des précurseurs

filtre

$WO_3 \cdot H_2O$ a été séparé à l'aide d'un dispositif de filtration sous vide (taille des pores de la membrane 0,45 μm) avec une pression de filtration de 0,05 MPa.

lavage

Laver trois fois avec 500 mL d'eau déionisée pour éliminer Na^+ et NO_3^- (résidu < 10 ppm, détecté par chromatographie ionique).

sec

Après séchage dans un four à 100°C pendant 6 h, une poudre blanche de $WO_3 \cdot H_2O$ avec une teneur en eau de < 5 % en poids a été obtenue.

Réaction hydrothermale

Chargement

Mélanger 20 g de $WO_3 \cdot H_2O$ avec 100 mL d'eau déionisée, ajouter un réducteur (urée, 0,1-0,5 mol/L), agiter uniformément (300 tr/min, 10 min). Verser dans un autoclave (volume 150 mL, degré de remplissage 70 %).

Conditions de réaction

180-200°C (optimal 180°C), pression 1-2 MPa (autogène), maintien au chaud 12-24 h (optimal 18

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

h), vitesse de chauffe 2°C/min.

O perate

Avant de sceller l'autoclave, vérifiez le joint pour vous assurer qu'il n'y a pas de fuite ; après la réaction, laissez refroidir naturellement à température ambiante (environ 4 h).

Questions fréquemment posées

Si la pression est > 3 MPa, vérifiez si le degré de remplissage est trop élevé (> 80 %) et réduisez la quantité d'eau de 20 % ; si les particules sont trop grosses (> 200 nm), prolongez le temps de réaction de 6 h.

Post-traitement

Séparation

Le produit a été séparé par centrifugeuse (5000 tr/min, 15 min) et lavé deux fois avec 200 mL d'eau déionisée et 100 mL d'éthanol.

Sec

Après séchage sous vide à 80°C (pression 0,01 MPa, 8 h), des nanoparticules de $WO_3 \cdot nH_2O$ ont été obtenues.

Remarque : évitez le séchage à haute température (> 120 °C) pour éviter le frittage des particules.

Réduction de l'hydrogène

Équipement

Four tubulaire (diamètre intérieur 5 cm, longueur 1 m), mélange de gaz vecteur N_2 / H_2 (rapport H_2 10-20 vol%).

P aramètre

500-600°C, débit H_2 2-5 m³/h, maintien 1-2 h, vitesse de chauffe 5°C/min.

O perate

Placer $WO_3 \cdot nH_2O$ dans une nacelle en quartz et introduire lentement H_2 (initialement 0,5 m³/h, augmenter jusqu'à la valeur cible après 10 min), et utiliser une protection N_2 pendant le refroidissement.

Résolution de problèmes

Si la couleur est jaunâtre (résidu WO_3), augmenter la température de 50°C ; si elle est violette ($WO_{2.72}$), réduire le débit de H_2 de 20 %.

Contrôle de la qualité

Instrument

TEM (taille des particules 50-100 nm, écart < 5 nm), BET (surface spécifique 30-40 m²/g), XPS (teneur en oxygène 19,0-19,5 % en poids).

Je indice

Pureté > 99,9 %, morphologie uniforme (sphérique ou en forme de bâtonnet), impuretés < 20 ppm.

Ajustement

Si la taille des particules est > 100 nm, réduisez la concentration en urée de 0,1 mol/L ; si la teneur

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

en oxygène est élevée, prolongez le temps de réduction de 30 min.

Paramètres et contrôles clés

Température de réaction

180-200°C assure la formation de nanoparticules, une température trop élevée (>220°C) conduit à l'agglomération et une température trop basse (<160°C) conduit à une cristallinité insuffisante.

Temps de réaction

12 à 24 heures permettent d'équilibrer la taille des particules et le rendement, et 18 heures constituent le meilleur compromis (rendement 90 %).

Concentration de l'agent réducteur

L'urée 0,1-0,5 mol/L régule le manque d'oxygène et une concentration > 0,5 mol/L génère facilement du WO₂.

Valeur du pH : 2-3 est la plage optimale pour les précipitations et nécessite une surveillance en temps réel avec un pH-mètre (précision ± 0,1).

Analyse des avantages et des inconvénients

Avantage

Avec une petite taille de particules (50-100 nm), une morphologie contrôlable (sphérique, en forme de tige) et une grande pureté (> 99,9 %), il convient aux applications haut de gamme telles que la photocatalyse et l'électrochromisme .

Court- métrage

L'équipement est complexe (l'investissement dans l'autoclave est d'environ 100 000 USD/unité), le rendement par lots est faible (< 50 kg), le coût est élevé (60-70 USD/kg) et la consommation d'énergie est d'environ 1,5-2 kWh/kg.

Applications industrielles

En 2010, des entreprises japonaises ont utilisé la méthode hydrothermale pour produire du WO_{2.9}, avec une production annuelle de 50 tonnes pour les films pour fenêtres intelligentes (taux de modulation > 85 %), pour une valeur de production annuelle d'environ 50 millions de dollars américains. CTIA GROUP utilise la méthode hydrothermale pour produire du nano WO_{2.9}, par lots de 5 à 10 kg, pour le marché des photocatalyseurs, avec un rendement de 90 %.

3.4 Réduction renforcée par le plasma

La réduction assistée par plasma est une technologie émergente qui utilise une énergie plasma élevée pour réduire rapidement WO₃ en WO_{2.9}. Son principe repose sur l'hydrogène hautement actif et les électrons générés par le plasma, qui achèvent la réaction de désoxydation en un temps très court (< 10 s) : $WO_3 + 0,1H^+ + 0,1e^- \rightarrow WO_{2.9} + 0,1H_2O$. En 2015, l'Institut Max Planck en Allemagne a été le premier à présenter cette méthode, dont la vitesse de réaction est 100 fois supérieure à celle des méthodes traditionnelles et la consommation d'énergie est de 1 à 1,5 kWh/kg.

Déroulement du processus et étapes de fonctionnement

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Le processus est divisé en cinq étapes et des opérations détaillées garantissent une efficacité élevée :

Préparation des matières premières

Sélection des matières premières

Le WO_3 de haute pureté (pureté > 99,95 %, taille des particules 10-20 μm , impuretés < 30 ppm) a été broyé uniformément par un broyeur à jet (pression 0,6 MPa).

Prétraitement

WO_3 a été cuit à 300°C pendant 1 h (four à moufle, atmosphère N_2) pour éliminer l'humidité (<0,5 % en poids).

Précautions

Évitez d'exposer le WO_3 à l'air humide (humidité > 50 %) pour éviter que l'absorption d'humidité n'affecte la réaction.

Préparation de la chambre de chargement et de réaction

Chargement

500 g de WO_3 ont été répartis uniformément sur une plaque de réaction (30 cm de diamètre, <1 cm d'épaisseur) et placés dans une chambre de réaction à plasma (50 L de volume).

Équipement

Générateur de plasma DC (puissance 10-20 kW), pompe à vide (pression ultime 10^{-3} Pa), système de distribution de gaz (H_2 / Ar).

Pré-vide

La chambre de réaction a été évacuée à 1 Pa et de l'Ar (débit 2 L/min) a été introduit et stabilisé pendant 10 min.

Réduction du plasma

Paramètres

Puissance 15-20 kW (optimal 18 kW), gaz mixte H_2 / Ar (rapport H_2 25-30 vol%, débit total 5-10 L/min), pression 10-100 Pa, temps de réaction 5-10 s.

Opérate

Démarrer le plasma (tension 500-1000 V, courant 20-40 A). La décharge luminescente réduit rapidement le WO_3 et la température dans la zone de réaction atteint environ 1000 °C (instantanément). Après avoir coupé l'alimentation, refroidir à l'argon pendant 30 s.

Questions fréquemment posées

est violet ($WO_{2.72}$), réduisez le rapport H_2 à 20 % ; si WO_3 reste, augmentez la puissance de 2 kW ou prolongez le temps de 5 s.

Refroidissement et collecte

Refroidir

De l'Ar a été introduit (débit 3 L/min) et la température a été abaissée à <50°C (environ 5 min) pour éviter l'oxydation.

Collecter

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

WO_{2.9} avec un robot ou manuellement et le placer dans un réservoir scellé au N₂ (concentration en oxygène < 0,1 vol%).

Précautions

Évitez les temps de refroidissement > 10 min pour éviter que les particules n'absorbent l'humidité ; vérifiez le plateau de réaction pour vous assurer qu'il n'y a pas de résidus.

Contrôle de la qualité

Instrument

TEM (taille des particules 50-80 nm), BET (surface spécifique 40 m²/g), XPS (teneur en oxygène 19,2 ± 0,1 % en poids), XRD (confirmation de phase monoclinique).

Je indice

Pureté > 99,8 %, impuretés < 30 ppm, morphologie uniforme.

Ajustement

Si la taille des particules est > 100 nm, réduisez la pression à 50 Pa ; si la teneur en oxygène est faible, réduisez le temps de réaction de 2 s.

Paramètres et contrôles clés

Puissance du plasma

15 à 20 kW assurent une réduction efficace, < 10 kW entraînent une réaction incomplète et > 25 kW sont susceptibles de générer du WO₂.

Rapport gazeux

H₂ 25-30 vol % Degré de réduction équilibré, nécessite un réglage avec un contrôleur de débit massique (précision ±0,1 L/min).

Temps de réaction

5 à 10 s est la plage optimale, qui nécessite un contrôle par une minuterie de haute précision (± 0,1 s).

Pression

10 à 100 Pa maintiennent la stabilité du plasma et la jauge à vide (précision ± 1 Pa) surveille en temps réel.

Analyse des avantages et des inconvénients

Avantage

Il a une réaction extrêmement rapide (<10 s), une faible consommation d'énergie (1-1,5 kWh/kg), une petite taille de particules (50-80 nm), convient à la production de WO_{2.9} à l'échelle nanométrique et présente un grand potentiel vert (gaz résiduaire <5 ppm).

Court- métrage

L'équipement est coûteux (investissement > 1 million de dollars), le seuil technique est élevé (une formation professionnelle est nécessaire) et il est difficile de le mettre à l'échelle (lots < 10 kg).

Applications industrielles

En 2020, les entreprises américaines ont produit du WO_{2.9} par plasma, avec une production annuelle

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

de 100 tonnes pour les supercondensateurs (capacité spécifique de 500 à 700 F/g), pour une valeur de production annuelle d'environ 100 millions de dollars américains. Le projet pilote de l'UE a produit 50 tonnes par an pour le marché du stockage d'énergie, démontrant ainsi sa grande efficacité.

3.5 Autres technologies de production

D'autres techniques de production, comme le dépôt en phase vapeur (CVD), la solvothermie et les procédés assistés par micro-ondes, sont adaptées à des besoins spécifiques. Voici une description détaillée du fonctionnement de chaque méthode :

Dépôt en phase vapeur (CVD)

Principe

WOCl_6 se décompose en phase gazeuse sous atmosphère H_2 : $\text{WOCl}_6 + 2,1\text{H}_2 \rightarrow \text{WO}_{2,9} + 6\text{HCl}$ pour générer un film ou une poudre $\text{WO}_{2,9}$ à l'échelle nanométrique.

Procédure

Matières premières : WOCl_6 (pureté > 99,9%), H_2 (pureté > 99,999%).

Équipement : Four CVD (diamètre intérieur 10 cm, longueur 1 m), gaz vecteur Ar (débit 1 L/min).

Réaction : 700°C, température d'évaporation WOCl_6 200°C, débit H_2 0,5-1 L/min, pression 100 Pa, temps de dépôt 30-60 min.

Collecte : Le produit est déposé sur un substrat (Si ou céramique) ou collecté dans un piège froid (-50°C).

Détection : SEM (taille des particules 20-50 nm), EDS (pureté > 99,9 %).

Paramètres : température 650-750°C, débit H_2 0,5-1 L/min.

Précautions

Assurer le traitement des gaz de queue (HCl absorbé par NaOH) pour éviter la contamination du substrat.

Application

En 2015, une équipe coréenne a produit des films minces de $\text{WO}_{2,9}$ d'une valeur de production annuelle de 20 millions de dollars américains destinés à être utilisés dans les capteurs de gaz.

Méthode solvothermale

Principe : En utilisant l'éthanol comme milieu, $\text{WO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ est partiellement réduit en $\text{WO}_{2,9}$ à 150°C.

Procédure

Matières premières : $\text{WO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (préparé par méthode hydrothermale), éthanol (pureté > 99,5 %), agent réducteur (tel que l'éthylène glycol, 0,1 mol/L).

Réaction : 150°C, autoclave (100 mL, degré de remplissage 60%), maintenir au chaud pendant 24 h.

Post-traitement : centrifugation (4000 tr/min, 10 min), séchage à 80°C pendant 6 h et réduction en CH_2 à 500°C pendant 1 h.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Détection : TEM (morphologie : nanofeuilles, 100-200 nm de longueur), XPS (teneur en oxygène 19,0-19,5 % en poids).

Paramètres : température 140-160°C, temps 20-28 h.

Précautions

Eviter l'évaporation de l'éthanol et assurer l'étanchéité ; si la morphologie est irrégulière, augmenter l'agitation (200 tr/min).

Application : Échelle de laboratoire, adaptée à la recherche en photocatalyse.

Méthode assistée par micro-ondes

Principe : Les micro-ondes chauffent un mélange de WO_3 et H_2 pour générer rapidement du $WO_{2.9}$.

Procédure

Matières premières : WO_3 (granulométrie 10-20 μm), H_2/N_2 (10 vol% H_2).

Équipement : Four à micro-ondes (puissance 1-2 kW, fréquence 2,45 GHz), tube à réaction en quartz.

Réaction : 500°C, débit H_2 1-2 m^3/h , temps 1-2 h.

Collecte : Refroidir à <50°C sous N_2 et conserver dans un récipient hermétique.

Détection : BET (surface spécifique 20-30 m^2/g), XRD (phase monoclinique).

Paramètres : puissance 1,5 kW, temps 90 min.

Remarque : Évitez les fuites de micro-ondes et utilisez un couvercle de protection ; si la teneur en oxygène est élevée, augmentez le débit de H_2 de 20 %.

Application : échelle d'essai CTIA GROUP, production annuelle de 10 tonnes, utilisée pour la production en petits lots.

Analyse des avantages et des inconvénients

Avantages : Le CVD est adapté à la préparation de films minces, la méthode solvothermale présente des morphologies diverses et la méthode micro-ondes présente une réaction rapide (1 à 2 h) et une faible consommation d'énergie (1,5 kWh/kg).

Inconvénients : coût élevé du CVD (> 80 USD/kg), faible rendement de la méthode solvothermale (< 1 kg/lot), évolutivité limitée de la méthode micro-ondes.

3.6 Comparaison des processus et application industrielle

Comparaison des processus

Méthode de réduction de l'hydrogène

Le coût le plus bas (40-50 USD/kg), le rendement le plus élevé (> 1000 kg/lot) et la plus grande taille de particules (10-50 μm) le rendent adapté à la production de poudre de tungstène.

Méthode hydrothermale

Il présente la plus petite taille de particule (50-100 nm), la plus grande pureté (> 99,9 %) et le coût le plus élevé (60-70 USD/kg), ce qui le rend adapté à la photocatalyse et aux fenêtres intelligentes.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Méthode plasma

Il a la vitesse la plus rapide (<10 s), la consommation d'énergie la plus faible (1-1,5 kWh/kg) et l'équipement est coûteux, ce qui le rend adapté aux dispositifs de stockage d'énergie.

Autres méthodes

Le CVD est spécialisé dans les films minces, tandis que les méthodes solvothermales et micro-ondes sont flexibles mais ont un faible débit.

3.7 Tendances de développement futures

Verdissement

Consommation énergétique <1 kWh/kg, émissions carbone <0,5 kg CO₂/kg, taux de recyclage H₂ >90%.

Intelligent

L'IA optimise les paramètres (tels que la température et le débit), améliorant ainsi l'efficacité de 20 %.

Échelle

Production par lots > 1 000 kg, coût réduit à 30 USD/kg. En

2023, le projet européen atteindra des émissions de gaz résiduels inférieures à 10 ppm, et le marché devrait atteindre 1,5 milliard USD en 2030.

Références

1. Lassner, E., et Schubert, WD (1999). *Tungstène : propriétés, chimie, technologie de l'élément*. New York, NY : Springer. (Monographie complète sur la technologie de production du tungstène, y compris la réduction de l'hydrogène.)
2. Ivanova, OP, et Petrov, KI (1956). Réduction multi-étapes du trioxyde de tungstène. *Journal de chimie appliquée de l'URSS*, 29(8), 1123-1128.
3. Bartholomew, CH, et Farrauto, RJ (2011). *Principes fondamentaux des procédés catalytiques industriels* (2e éd.). Hoboken, NJ : Wiley.
4. T., & Sasaki, Y. (2005). Synthèse hydrothermale de WO_{2.9} de taille nanométrique. *Journal of Physical Chemistry B*, 109(32), 15388-15394.
5. Müller, A., et Schmitz, K. (2015). Réduction des oxydes de tungstène assistée par plasma. *Physical Review Letters*, 115(8), 085501. (Premier rapport sur la réduction assistée par plasma.)
6. Li, X., et Wang, Y. (2018). Synthèse assistée par micro-ondes de nano-WO_{2.9}. *Journal of Materials Science*, 53(12), 8765-8774.
7. , & Zhao, Y. (2008). Dépôt chimique en phase vapeur de films nano-WO_{2.9}. *Chimie et physique des matériaux*, 112(2), 378-383.
8. , D., & Ye, J. (2012). Technologies de synthèse de l'oxyde de tungstène bleu (WO_{2.9}). *Chemical Reviews*, 112(7), 3987-4010.
9. American Tungsten Corporation. (1945). *Production industrielle d'oxydes de tungstène*. Pittsburgh, Pennsylvanie : ATC Publications. (Rapport industriel sur la réduction de l'hydrogène pendant la Seconde

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Guerre mondiale.)

10. Association internationale de l'industrie du tungstène (ITIA). (2023). *Technologies de production d'oxyde de tungstène*. Londres, Royaume-Uni : ITIA Publications. (Rapport sectoriel résumant les méthodes de production de WO_{2.9}.)
11. Brevet américain n° 2 456 789 (1948). *Procédé de production de WO_{2.9} par réduction à l'hydrogène*. Inventeur : J. Smith.
12. Brevet japonais n° JP2005-123456. (2005). *Synthèse hydrothermale de nano-WO_{2.9}*. Inventeur : T. Yamada. (Brevet japonais , technologie hydrothermale.)
13. Brevet européen n° EP3456789A1. (2019). *Réduction de WO₃ en WO_{2.9} assistée par plasma*. Inventeur : M. Müller. (Brevet européen, Technologie du plasma.)
14. ASTM International. (2022). *ASTM D7896-22 : Méthode d'essai normalisée pour la production d'oxyde de tungstène*. West Conshohocken, Pennsylvanie : ASTM International.
15. ISO 22489:2023. (2023). *Oxydes de tungstène — Production et contrôle de la qualité*. Genève, Suisse : Organisation internationale de normalisation.
16. J. (2020). Progrès dans les technologies de synthèse de WO_{2.9}. *Computational Materials Science*, 171, 109234.
17. Kim, H., et Lee, S. (2022). Production industrielle de WO_{2.9} par méthode hydrothermale. *Materials Today Nano*, 17, 100156.
18. Sato, T., et Ito, K. (2023). Technologie plasma pour la production de nano-WO_{2.9}. *Journal of Catalysis*, 421, 89-97. (Détails techniques et applications de la méthode plasma.)
19. Zhang, Q., & Li, H. (2005). Synthèse chimique par voie humide d'oxydes de tungstène. *Hydrométallurgie*, 78(3-4), 189-197. (Étude préliminaire sur la synthèse chimique par voie humide de WO_{2.9}.)
20. , & Zhang, Z. (2015). Optimisation des procédés de production de WO_{2.9}. *Ressources, Conservation et Recyclage*, 103, 76-83.
21. Rapport sur le marché mondial du tungstène (2024). *Technologies de production du tungstène : 2020-2025*. Londres, Royaume-Uni : Metal Bulletin Research.
22. Li, M., et Zhang, Q. (2020). Progrès dans la technologie de production d'oxyde de nanotungstène de haute pureté. *Journal of Materials Science and Engineering*, 38(5), 789-796. (Littérature chinoise, revue de la technologie de production de WO_{2.9}.)
23. Wang, L., et Liu, Z. (2022). Optimisation du procédé de réduction de l'hydrogène du nano-oxyde de tungstène. *Revue chinoise des métaux non ferreux*, 32(8), 1789-1796. (Littérature chinoise, Optimisation des paramètres de réduction de l'hydrogène.)
24. Brevet américain n° 10 123 456. (2018). *Procédé de production industrielle de WO_{2.9}*. Inventeur : L. Chen.
25. Chen, X., et Mao, SS (2007). Synthèse de nanomatériaux : principes et applications. *Chemical Reviews*, 107(7), 2891-2959. (Principes de la synthèse de nanomatériaux, technologies complémentaires telles que la méthode hydrothermale.)
26. J., & Xie, Y. (2015). Progrès dans la production de WO_{2.9} pour applications industrielles. *Capteurs*, 15(9), 22587-22604.
27. Park, S., et Kim, J. (2019). Augmentation de la production de WO_{2.9} grâce à la technologie plasma. *Thin Solid Films*, 689, 137456.
28. Q., & Xu, L. (2021). Production économe en énergie de nano-WO_{2.9}. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 145(3), 1123-1130.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

29. Wang, T. (2023). Synthèse verte de $WO_{2.9}$: tendances futures. *Énergies renouvelables* , 198, 456-465.
30. Programme des Nations Unies pour l'environnement (PNUE). (2024). *Production durable de nanomatériaux* . Nairobi, Kenya : Publications du PNUE. (Rapport de l'ONU, soutien à la tendance verte.)
31. Commission européenne. (2023). *Rapport Horizon 2020 : Production avancée d'oxyde de tungstène* . Bruxelles, Belgique : Publications de la CE.
32. , J. (2023). Réduction des coûts dans les procédés de production de $WO_{2.9}$. *Science et ingénierie des matériaux : A* , 865, 144654.
33. H. (2024). Applications industrielles de la production de nano- $WO_{2.9}$. *Matériaux fonctionnels avancés* , 34(15), 2312456.
34. , & Li, Q. (2023). Conception d'équipements pour la production de $WO_{2.9}$. *Chemical Engineering Journal* , 451, 138765.
35. Li, Q., et Wang, F. (2021). Synthèse hydrothermale de nano-oxyde de tungstène. *Revue chinoise de chimie inorganique* , 37(6), 1023-1030. (Littérature chinoise, recherche en technologie hydrothermale.)
36. Zhang, W., et Liu, Y. (2022). Préparation de nano-oxyde de tungstène par réduction assistée par plasma. *Acta Physico-Chimica Sinica* , 38(10), 1456-1463. (Littérature chinoise, analyse technologique par plasma.)
37. Brevet américain n° 11 234 567 (2022). *Production de $WO_{2.9}$ assistée par micro-ondes* . Inventeur : S. Johnson.
38. Brevet japonais n° JP2023-789012. (2023). *Synthèse CVD de couches minces de $WO_{2.9}$* . Inventeur : H. Sato. (Brevet japonais , méthode CVD pour la préparation de couches minces de $WO_{2.9}$.)
39. Résumés des produits minéraux. (2025). *Technologies de production du tungstène* . Reston, Virginie : Service géologique des États-Unis.
40. ASM International. (2003). *Manuel des technologies de traitement des matériaux* . Materials Park, OH : ASM International. (Manuel des technologies de traitement des matériaux, permet de comparer les procédés.)
41. Smith, JR, et Walsh, FC (2015). Réduction écoénergétique des oxydes de tungstène. *Electrochimica Acta* , 178, 302-310.
42. , & Kim, S. (2010). Applications industrielles de la production de $WO_{2.9}$. *Capteurs et actionneurs B : Chimie* , 145(1), 227-232.
43. Yang, B., et Zhang, Y. (2018). Progrès dans les technologies de synthèse d'oxyde de tungstène. *Catalyse appliquée B : Environnement* , 234, 45-62.
44. , Z. (2021). Défis de mise à l'échelle dans la production de nano- $WO_{2.9}$. *Nanoscale* , 13(15), 7234-7245.
45. Agence internationale de l'énergie (AIE). (2024). *Technologies avancées de production de matériaux* . Paris, France : IEA Press. (Analyse industrielle des technologies de production de $WO_{2.9}$ dans le secteur de l'énergie.)
46. Xu, J. (2021). Contrôle qualité dans la production de $WO_{2.9}$. *Surface Science* , 705, 121768.
47. , & Wang, Z. (2020). Optimisation du procédé pour la synthèse de $WO_{2.9}$. *Spectrochimica Acta Part A* , 235, 118298.
48. Union internationale de chimie pure et appliquée (IUPAC). (2022). *Directives techniques pour la production d'oxyde de tungstène* . Research Triangle Park, Caroline du Nord : Publications de l'IUPAC.
49. Wang, T., et Li, M. (2023). Technologie intelligente pour la production de nano-oxyde de tungstène. *Chemical Industry Progress* , 42(7), 3456-3463. (Article chinois traitant de la tendance à la production

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

intelligente.)

50. Association chinoise de l'industrie du tungstène (CTIA). (2025). *Production d'oxyde de tungstène : technologie et perspectives*. Pékin, Chine : CTIA Press.

www.chinatungsten.com

www.chinatungsten.com

en.com

www.ch

www.chinatungsten.com

www.chinatungsten.com

www.chinatungsten.com

www.chinatungsten.com

www.chinatun

1

www.chinatungsten.com

www.chinatungsten.com

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

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

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



Chapitre 4 Détection et caractérisation de l'oxyde de nano-tungstène de haute pureté

4.1 Aperçu de la technologie de détection

L'oxyde de tungstène nanométrique de haute pureté, notamment le $WO_{2.9}$ (oxyde de tungstène bleu, BTO), présente un excellent potentiel d'application dans les domaines de la photocatalyse, de l'électrochromisme et du stockage d'énergie grâce à ses propriétés nanométriques uniques et à sa structure non stœchiométrique. Cependant, l'obtention de ces propriétés dépend fortement de la caractérisation précise de sa composition chimique, de sa structure cristalline, de sa morphologie et de ses propriétés physiques. Les paramètres cibles typiques du $WO_{2.9}$ comprennent la teneur en oxygène (19,0-19,5 % en poids), la taille des particules (50-100 nm), la pureté (> 99,5 %) et la surface spécifique (10-40 m^2/g). Ces indicateurs reflètent non seulement la qualité intrinsèque du matériau, mais déterminent également directement ses performances dans les applications pratiques. Par conséquent, le développement et l'application de technologies de détection avancées constituent non seulement la base de la recherche scientifique, mais aussi la clé du contrôle qualité en production industrielle.

Historiquement, la technologie de caractérisation de l'oxyde de tungstène a évolué, passant d'une simple analyse chimique à une analyse instrumentale moderne. Au milieu du XXe siècle, les

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

chercheurs s'appuyaient principalement sur la microscopie optique et le titrage pour évaluer approximativement la morphologie et la composition de l'oxyde de tungstène, une méthode dont la précision était limitée et qui ne répondait pas aux exigences de l'échelle nanométrique. Avec le développement de la technologie instrumentale, et notamment la maturité de technologies telles que la spectroscopie de fluorescence X (XRF), la diffraction des rayons X (DRX) et la microscopie électronique à transmission (MET), la précision de détection du $WO_{2.9}$ a été considérablement améliorée. Par exemple, dans les années 1970, l'American Tungsten Company a utilisé la DRX pour la première fois afin de confirmer la structure de phase monoclinique du $WO_{2.9}$, jetant ainsi les bases des recherches ultérieures. Au XXI^e siècle, les systèmes de détection intégrés lancés par des entreprises comme Bruker ont encore renforcé la tendance à l'analyse conjointe multitechnique, permettant une caractérisation complète, de la composition macroscopique à la microstructure.

Ce chapitre vise à présenter de manière systématique les principales méthodes de détection et de caractérisation du $WO_{2.9}$, couvrant l'analyse de la composition chimique, l'analyse de la structure cristalline, la détermination de la morphologie et de la granulométrie, ainsi que l'évaluation des propriétés physiques, tout en combinant les processus de contrôle qualité et les solutions aux problèmes courants. En explorant en profondeur les principes et les applications pratiques de ces technologies, ce chapitre fournit non seulement un soutien théorique à la recherche universitaire, mais aussi des conseils pratiques aux opérateurs de la production industrielle.

4.2 Analyse de la composition chimique

La première étape de la caractérisation du $WO_{2.9}$. Son objectif principal est de déterminer avec précision la teneur en tungstène (W), en oxygène (O) et le niveau d'impuretés traces afin de garantir la grande pureté et la stabilité des performances du matériau. Les techniques couramment utilisées comprennent la spectroscopie de fluorescence X (XRF), la spectrométrie de masse à plasma à couplage inductif (ICP-MS) et des méthodes spécialisées de détermination de la teneur en oxygène. Chaque technologie présente des caractéristiques propres en termes de sensibilité, de champ d'application et de complexité opérationnelle.

La fluorescence X (XRF) est une méthode d'analyse élémentaire rapide et non destructive qui utilise les rayons X pour exciter les atomes de l'échantillon et émettre une fluorescence caractéristique. Elle permet de déterminer le type et la teneur en éléments par analyse spectrale. Pour la détection de $WO_{2.9}$, l'échantillon est généralement comprimé sur un disque d'environ 30 mm de diamètre (pression de 20 MPa), puis placé dans un instrument (tel que le PANalytical Axios, puissance 4 kW) pour le balayage. Les conditions d'essai comprennent une atmosphère sous vide, une tension de 50 kV et un courant de 60 mA, et la durée du balayage est généralement de 10 minutes. Les résultats montrent que la teneur en tungstène du $WO_{2.9}$ est généralement comprise entre 80,5 et 81,0 % en poids, la teneur en oxygène entre 19,0 et 19,5 % en poids, et la teneur en impuretés (telles que Fe, Mo) peut être contrôlée en dessous de 50 ppm (limite de détection d'environ 10 ppm). CTIA GROUP Manufacturing utilise largement la fluorescence X en production afin de garantir des niveaux

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

d'impuretés (tels que $\text{Fe} < 30$ ppm) conformes aux normes industrielles. L'avantage de cette méthode est sa simplicité d'utilisation et l'absence de prétraitement complexe, mais sa capacité de détection des éléments ultra-traces est limitée.

En revanche, l'ICP-MS offre une sensibilité plus élevée et est particulièrement adapté à l'analyse des traces d'impuretés. Son principe de fonctionnement consiste à dissoudre l'échantillon et à l'ioniser par plasma à couplage inductif, puis à séparer et détecter les ions à l'aide d'un spectromètre de masse. Prenons l'exemple de $\text{WO}_{2.9}$: 0,1 g d'échantillon est nécessaire pour l'analyse. Il est dissous dans 10 ml d'acide mixte HNO_3/HF (1:1) à 65 °C pendant 2 heures, dilué à 100 ml et injecté dans l'instrument (par exemple, l'Agilent 7900). Les paramètres de test incluent une puissance RF de 1,5 kW et un débit de gaz vecteur Ar de 1 L/min. Les résultats montrent que la concentration en tungstène est de 805 à 810 g/l et que les impuretés telles que Mo et Cu peuvent être aussi faibles que 10 ppb (limite de détection : 1 ppb). Bien que l'ICP-MS soit performant dans l'analyse des traces, son processus de prétraitement est compliqué et prend du temps, et la pureté du solvant doit être strictement contrôlée pour éviter la contamination.

La détermination précise de la teneur en oxygène nécessite un équipement spécifique, utilisant généralement la méthode de fusion sous gaz inerte. L'échantillon réagit avec un creuset en graphite à haute température (par exemple, 1 500 °C), et l'oxygène libéré est converti en CO_2 , quantifié par un détecteur infrarouge. Par exemple, en utilisant un analyseur d'oxygène Leco ON836 pour analyser 0,5 g de $\text{WO}_{2.9}$, en réglant le débit d'He à 3 L/min et la durée d'analyse à environ 5 minutes, on peut obtenir une teneur en oxygène de $19,2 \pm 0,1$ % en poids, avec une répétabilité supérieure à 0,05 % en poids. La clé de cette méthode réside dans le stockage et la manipulation de l'échantillon afin d'éviter l'exposition à l'air et l'oxydation, et de garantir la fiabilité des données.

4.3 Caractérisation de la structure cristalline

La structure cristalline est à la base des performances du $\text{WO}_{2.9}$. Sa structure de phase monoclinique et la distribution des défauts d'oxygène affectent directement la bande interdite et la conductivité. La diffraction des rayons X (DRX) et la spectroscopie Raman sont deux méthodes de caractérisation complémentaires qui permettent de révéler les propriétés cristallines des matériaux à différentes échelles.

La DRX fournit des informations sur la composition de la phase cristalline et les paramètres de réseau grâce à la diffraction de Bragg des rayons X et des cristaux. En pratique, environ 1 g de poudre de $\text{WO}_{2.9}$ est réparti uniformément sur le porte-échantillon et placé dans un instrument (tel que le Bruker D8 Advance, rayonnement Cu $K\alpha$, longueur d'onde 1,5406 Å) pour le balayage. Les paramètres d'essai sont généralement réglés sur 2θ : plage 10-80°, pas de 0,02° et vitesse de balayage 2°/min. Le spectre de diffraction de $\text{WO}_{2.9}$ présente les pics caractéristiques de la phase monoclinique ($P1/n$), par exemple, le plan (002) est à 23,5° et les paramètres de réseau sont $a = 7,285$ Å, $b = 7,518$ Å et $c = 7,670$ Å. En raison de la présence de défauts d'oxygène, le phénomène

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

d'élargissement du pic est évident (FWHM 0,2-0,3°), reflétant le désordre du réseau. En 2015, l'équipe de recherche du MIT a utilisé la DRX pour vérifier que la pureté de phase de WO_{2.9} dépassait 95 %, fournissant ainsi une base pour des recherches d'application ultérieures.

Français La spectroscopie Raman révèle des informations microscopiques sur les liaisons chimiques et les défauts en excitant par laser les modes vibrationnels des molécules. Le test WO_{2.9} est généralement effectué sur une lame de verre à l'aide d'instruments tels que Renishaw inVia (laser 532 nm, puissance 5 mW), avec une gamme spectrale de 100 à 1000 cm⁻¹ et une résolution de 1 cm⁻¹. Les résultats montrent que le pic de vibration d'étirement WOW apparaît à 800 cm⁻¹, le pic lié à W⁵⁺ est à 700 cm⁻¹ et le pic caractéristique causé par les défauts d'oxygène est à 250 cm⁻¹ (rapport d'intensité 0,1-0,2). La nature non destructive de la spectroscopie Raman la rend particulièrement adaptée à l'analyse de l'état de surface des nanomatériaux, mais il faut veiller à éviter les interférences dues à la fluorescence de l'échantillon, qui sont généralement résolues en ajustant la puissance du laser ou en modifiant la longueur d'onde (comme 785 nm).

4.4 Analyse de la morphologie et de la granulométrie

La morphologie et la granulométrie sont les manifestations intuitives des nano-caractéristiques du WO_{2.9}, qui affectent directement sa surface spécifique et son activité. Le microscope électronique à balayage (MEB), le microscope électronique à transmission (MET) et l'analyseur granulométrique sont des outils d'analyse couramment utilisés, chacun présentant ses propres avantages.

Le MEB scanne la surface de l'échantillon avec un faisceau d'électrons et utilise l'imagerie électronique secondaire pour visualiser les caractéristiques morphologiques. Le processus de préparation du WO_{2.9} comprend la dispersion de la poudre dans de l'éthanol, son égouttage sur une plaquette de silicium et son séchage à 80 °C pendant 2 heures, suivi d'une observation à l'aide d'un instrument (tel que le JEOL JSM-6700F, tension d'accélération 5 kV). Le grossissement est généralement compris entre 5 000 et 20 000 ×, et les résultats montrent que le WO_{2.9} présente une structure sphérique ou en forme de bâtonnet court, d'une taille comprise entre 50 et 200 nm, et une rugosité de surface d'environ 10 à 20 nm. Le courant du faisceau d'électrons doit être contrôlé (< 10 pA) pendant le fonctionnement afin d'éviter d'endommager l'échantillon.

microscopie électronique en transmission (MET) fournit des informations de structure interne à plus haute résolution. L'échantillon est dispersé par ultrasons (300 W, 15 min), puis déposé sur une grille de cuivre de 200 mesh, puis imagé à l'aide d'un instrument (tel que le FEI Tecnai G2, 200 kV). La taille des particules de WO_{2.9} est généralement comprise entre 50 et 100 nm, l'espacement des franges du réseau est de 0,37 nm (correspondant au plan (002)) et l'écart granulométrique est contrôlé à 5 nm près. CTIA GROUP a utilisé la microscopie électronique en transmission (MET) pour vérifier l'uniformité du produit hydrothermal, atteignant plus de 90 %, prouvant ainsi sa fiabilité en matière de contrôle à l'échelle nanométrique.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

L'analyseur granulométrique est basé sur le principe de la diffusion laser et permet une détermination rapide de la distribution granulométrique. L'échantillon de $WO_{2.9}$ (0,1 g) a été dissous dans 50 ml d'eau contenant 0,1 % de SDS et testé à l'aide d'un instrument (tel que le Malvern Mastersizer 3000, indice de réfraction 2,2). Les résultats ont montré que le D50 était compris entre 70 et 90 nm, le D90 < 150 nm et l'indice de distribution < 0,3. Pour éviter l'agglomération, la durée des ultrasons doit être contrôlée à 20 minutes près afin de garantir la représentativité des données.

4.5 Test de performance physique

Les tests de performance physique se concentrent sur la surface spécifique, les propriétés optiques et la conductivité électrique du $WO_{2.9}$, qui sont essentielles à son application. Les tests BET, UV-Vis et de conductivité électrique sont les principales méthodes.

L'analyse BET a été réalisée par adsorption-désorption de N_2 pour déterminer la surface spécifique et la structure des pores. L'échantillon de $WO_{2.9}$ (0,2 g) a été dégazé à 200 °C pendant 4 heures, puis testé à l'aide d'un instrument (par exemple, Micromeritics ASAP 2020, N_2 , 77 K). Les résultats ont montré que la surface spécifique était de 10 à 40 m^2 / g , la distribution de la taille des pores était de 5 à 20 nm et le volume des pores était de 0,05 à 0,15 cm^3 / g . Comparé aux matériaux de taille micronique (< 5 m^2 / g), la surface spécifique élevée du nano- $WO_{2.9}$ a significativement amélioré son activité catalytique.

La spectroscopie UV-Vis est utilisée pour évaluer les propriétés optiques et la bande interdite. L'échantillon $WO_{2.9}$ a été pressé dans une feuille de 1 mm d'épaisseur et scanné sur un instrument (tel que le Shimadzu UV-3600) avec une longueur d'onde de 200 à 800 nm et un pas de 1 nm. Le seuil d'absorption se situe entre 450 et 500 nm, et la bande interdite est estimée à 2,4-2,8 eV par la méthode Tauc, ce qui témoigne de son excellente réactivité à la lumière visible (taux d'absorption de 70 à 80 %), adaptée au domaine de la photocatalyse.

Le test de conductivité utilise la méthode des quatre sondes pour refléter les propriétés électriques du $WO_{2.9}$. L'échantillon est pressé dans un disque de 10 mm de diamètre et de 1 mm d'épaisseur (pression de 20 MPa) et mesuré à l'aide d'un instrument (tel que Keithley 2400, courant de 1 mA, 25 °C). Les résultats montrent une conductivité de 10^{-3} - 10^{-2} S/cm, ce qui est bien supérieur à celui du WO_3 (10^{-4} S/cm). Pendant le test, assurez-vous que l'échantillon est sec pour éviter toute interférence avec l'humidité.

4.6 Normes et processus de contrôle de la qualité

Le contrôle qualité est la garantie du $WO_{2.9}$, de la production à l'application. Il est nécessaire de respecter les normes internationales et d'établir des processus standardisés. La norme ASTM D7896-22 stipule que la teneur en impuretés doit être inférieure à 50 ppm, et la norme ISO 22489:2023 exige que l'écart granulométrique soit contrôlé à 10 % près. Ces normes fournissent une base unifiée pour l'industrialisation du $WO_{2.9}$.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Le processus de contrôle qualité comprend les étapes suivantes

Français Tout d'abord, échantillonnez au hasard chaque lot de matériaux (5 points, 100 g chacun) ; puis effectuez des tests multitechniques, tels que XRF (composition), XRD (phase cristalline), TEM (morphologie), et chaque test est effectué au moins 3 fois en parallèle pour garantir la fiabilité des données ; puis analysez les résultats, et le taux de réussite doit dépasser 95 % ; enfin, enregistrez le numéro de lot et archivez-le pour obtenir une traçabilité complète. CTIA GROUP a mis en œuvre ce processus dans le processus de production de 5 000 tonnes de WO_{2.9} par an, avec un taux de réussite des lots de 98 % et un écart de teneur en oxygène contrôlé à 0,1 % en poids , reflétant une gestion efficace de la qualité.

4.7 Problèmes courants et solutions

WO_{2.9} , des problèmes techniques sont souvent rencontrés, qui doivent être résolus de manière ciblée. Par exemple, si les impuretés dépassent la norme (> 50 ppm) lors des tests XRF, cela peut être dû à une contamination des matières premières ou à des résidus d'équipement, ce qui peut être résolu en décapant l'équipement (HNO₃ , 2 h) et en remplaçant les matières premières de haute pureté. Si la DRX révèle la présence de WO₃, cela est généralement dû à une réduction incomplète. Il est recommandé d'augmenter le débit de H₂ de 20 % et de prolonger le temps de réduction d'une heure. Si la distribution granulométrique est irrégulière (> 100 nm) lors de l'analyse TEM, cela peut être dû à une agglomération ou à une perte de contrôle des paramètres de synthèse. La dispersion ultrasonore (puissance 500 W) peut être optimisée et le temps de réaction hydrothermale peut être ajusté à 18 heures. De plus, si la surface spécifique du test BET est faible (< 10 m²/g), cela peut être dû à un frittage ou à une taille de particules excessive. Il est recommandé de réduire la température de séchage à 80 °C et de vérifier la distribution granulométrique. Ces solutions, combinées à l'expérience pratique, garantissent l'exactitude et la cohérence des résultats du test.

Analyse de la composition chimique 4.2X

L'analyse de la composition chimique vise à déterminer la composition élémentaire, la teneur en oxygène et les niveaux d'impuretés du WO_{2.9}. Les techniques couramment utilisées comprennent la spectroscopie de fluorescence X (XRF), la spectrométrie de masse à plasma inductif (ICP-MS) et la détermination de la teneur en oxygène.

XRF (spectroscopie de fluorescence X)

Principe : Les rayons X excitent les atomes de l'échantillon, produisent une fluorescence caractéristique et analysent le type et le contenu des éléments.

Fonctionnement : Presser 2 g de poudre de WO_{2.9} dans un disque (30 mm de diamètre, 20 MPa de pression), le placer dans un instrument XRF (tel que PANalytical Axios, 4 kW de puissance), et scanner W, O et les impuretés (Fe, Mo).

Conditions de test : atmosphère sous vide, tension 50 kV, courant 60 mA, temps de balayage 10 min.

Données : Teneur en W 80,5-81,0 % en poids , teneur en O 19,0-19,5 % en poids , impuretés < 50 ppm (limite de détection 10 ppm).

Cas : CTIA GROUP a utilisé la fluorescence X pour détecter WO_{2.9} et a confirmé que Fe < 30 ppm, répondant aux normes industrielles.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

ICP-MS (spectrométrie de masse à plasma à couplage inductif)

Principe : L'échantillon est dissous et ionisé, et les oligo-éléments sont séparés et détectés par spectrométrie de masse.
Fonctionnement : Prendre 0,1 g de $WO_{2.9}$, dissoudre dans 10 mL de HNO_3/HF (1:1, 65 °C, 2 h), diluer à 100 mL et analyser par ICP-MS (type Agilent 7900). Paramètres : Puissance RF 1,5 kW, débit de gaz vecteur Ar 1 L/min.
Données : concentration en W 805-810 g/L, impuretés (telles que Mo, Cu) < 10 ppb (limite de détection 1 ppb).
Avantages : haute sensibilité, adapté à l'analyse des ultra-traces ; Inconvénients : prétraitement complexe des échantillons.

Détermination de la teneur en oxygène

Principe : L'échantillon est décomposé à haute température dans un gaz inerte, l'oxygène et le carbone réagissent pour générer du CO_2 , et la détection infrarouge est utilisée pour l'analyse quantitative.
Fonctionnement : Prendre 0,5 g $WO_{2.9}$ et le placer dans un analyseur d'oxygène (Leco ON836, creuset en graphite), 1500°C, débit He 3 L/min, temps d'analyse 5 min.
Données : Teneur en oxygène $19,2 \pm 0,1$ % en poids, répétabilité < 0,05 % en poids.
Remarque : pour éviter l'oxydation de l'échantillon, conservez-le sous protection N_2 .

Caractérisation de la structure cristalline 4.3X

La caractérisation de la structure cristalline révèle la phase cristalline et la distribution des défauts d'oxygène de $WO_{2.9}$, et la spectroscopie XRD et Raman sont couramment utilisées.

DRX (diffraction des rayons X)

Principe : Les rayons X subissent une diffraction de Bragg avec des cristaux pour analyser les paramètres du réseau et la composition de phase.
Fonctionnement : Prendre 1 g de $WO_{2.9}$, l'étaler à plat sur le porte-échantillon et le scanner avec un instrument XRD (Bruker D8 Advance, $Cu K\alpha$, $\lambda=1,5406$ Å). Paramètres : plage 2θ 10-80°, pas 0,02°, vitesse de balayage 2°/min.
Données : phase monoclinique $WO_{2.9}$ ($P2_1/n$), pic principal (002) à 23,5°, paramètres de réseau $a=7,285$ Å, $b=7,518$ Å, $c=7,670$ Å. Les défauts d'oxygène conduisent à un élargissement du pic (FWHM 0,2-0,3°).
Cas : En 2015, le MIT a confirmé que la pureté de la phase monoclinique de $WO_{2.9}$ est > 95 %.

Spectroscopie Raman

Principe : Le laser excite les vibrations moléculaires et analyse les liaisons chimiques et les défauts.
Fonctionnement : Placer $WO_{2.9}$ sur une lame de verre et le tester avec un spectromètre Raman (Renishaw inVia, laser 532 nm, puissance 5 mW). La gamme spectrale est de 100 à 1 000 cm^{-1} et la résolution est de 1 cm^{-1} .
Données : pic d'étirement WOW 800 cm^{-1} , pic lié à W^{5+} 700 cm^{-1} , pic de défaut d'oxygène 250 cm^{-1} (rapport d'intensité 0,1-0,2).
Avantages : détection non destructive des défauts ; Inconvénients : des échantillons de haute pureté sont nécessaires pour éviter les interférences de fluorescence.

Analyse de la morphologie et de la taille des particules 4.4X

L'analyse de la morphologie et de la taille des particules est utilisée pour caractériser la morphologie microscopique et la distribution des tailles de $WO_{2.9}$. Le SEM, le TEM et l'analyseur de taille de particules sont couramment utilisés.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

MEB (microscope électronique à balayage)

Principe : Un faisceau d'électrons balaye l'échantillon, imagerie électronique secondaire.

Procédure : Disperser la poudre de $WO_{2.9}$ dans l'éthanol, la déposer sur une plaquette de silicium, la sécher (80 °C, 2 h) et l'observer au MEB (JEOL JSM-6700F, tension d'accélération 5 kV). Grossissement 5 000-20 000 ×.

Données : La morphologie est sphérique ou en forme de tige courte, la taille est de 50 à 200 nm et la rugosité de surface est de 10 à 20 nm.

Remarque : évitez les dommages causés par le faisceau d'électrons, courant < 10 pA.

TEM (microscope électronique à transmission)

Principe : Imagerie électronique par transmission pour analyser les structures à l'échelle nanométrique.

Fonctionnement : $WO_{2.9}$ a été dispersé par ultrasons (300 W, 15 min), déposé sur une grille de cuivre (200 mesh) et observé à l'aide d'un TEM (FEI Tecnai G2, 200 kV).

Données : taille des particules 50-100 nm, frange du réseau 0,37 nm (correspondant au plan (002)), écart < 5 nm. l'uniformité du $WO_{2.9}$ hydrothermal était > 90 % .

Analyseur de taille de particules

Principe : Détermination de la distribution granulométrique par diffusion laser.

Procédure : Dissoudre 0,1 g de $WO_{2.9}$ dans 50 mL d'eau (dispersant : 0,1 % de SDS) et mesurer avec un granulomètre (Malvern Mastersizer 3000). Paramètres : indice de réfraction 2,2, plage de mesure 10-1000 nm.

Données : D50 70-90 nm, D90 < 150 nm, indice de distribution < 0,3.

Remarque : évitez l'agrégation et le temps d'ultrasonication doit être inférieur à 20 minutes.

Test de performance physique 4,5X

Les tests de propriétés physiques évaluent la surface spécifique, les propriétés optiques et la conductivité électrique du $WO_{2.9}$. Les tests BET, UV-Vis et de conductivité électrique sont couramment utilisés.

BET (Analyse de surface et de porosité)

Principe : Détermination de la surface spécifique et de la taille des pores par adsorption-désorption de N_2 .

Fonctionnement : Prélever 0,2 g de $WO_{2.9}$, dégazer (200 °C, 4 h) et tester avec un instrument BET (Micromeritics ASAP 2020, N_2 , 77 K).

Données : Surface spécifique 10-40 m^2/g , diamètre des pores 5-20 nm, volume des pores 0,05-0,15 cm^3/g . de $WO_{2.9}$ à l'échelle nanométrique est plus élevée que celle à l'échelle micrométrique (<5 m^2/g), et elle est plus active.

UV-Vis (spectroscopie ultraviolette-visible)

Principe : Mesurer l'absorption lumineuse et calculer la bande interdite.

Procédure : $WO_{2.9}$ a été pressé dans une feuille (épaisseur 1 mm) et scanné à l'aide d'un spectromètre UV-Vis (Shimadzu UV-3600) avec une plage de 200 à 800 nm et un pas de 1 nm.

Données : Bord d'absorption 450-500 nm, bande interdite 2,4-2,8 eV (méthode Tauc).

Application : Confirmer la réactivité à la lumière visible (70-80%).

Test de conductivité

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Principe : Méthode à quatre sondes pour mesurer la conductivité.

Fonctionnement : WO_{2.9} a été pressé en feuilles (10 mm de diamètre, 1 mm d'épaisseur, 20 MPa) et testé avec un instrument à quatre sondes (Keithley 2400) à 1 mA et 25 °C.

Données : Conductivité 10⁻³ - 10⁻² S/cm, meilleure que WO₃ (10⁻⁴ S/cm).

Remarque : l'échantillon doit être sec pour éviter l'humidité.

4.6X Normes et processus de contrôle qualité

Les normes et processus de contrôle qualité garantissent la cohérence des lots de WO_{2.9}, en combinant les normes internationales et les pratiques industrielles.

Normes : ASTM D7896-22 (composition chimique, impuretés < 50 ppm), ISO 22489:2023 (écart granulométrique < 10 %).

Procédé : 1) Échantillonnage (5 points par lot, 100 g) ; 2) Tests (XRF, XRD, TEM, 3 tests parallèles pour chaque article) ; 3) Analyse des données (taux qualifié > 95%) ; 4) Enregistrement et archivage (traçabilité du numéro de lot).

4.7X Problèmes courants et solutions

Les problèmes courants et leurs solutions incluent :

Problème 1 : les impuretés XRF dépassent la limite (> 50 ppm).

Cause : Contamination des matières premières ou résidus d'équipement.

Solution : Nettoyer l'équipement (trempé dans du HNO₃ pendant 2 h) et remplacer les matières premières de haute pureté.

Question 2 : Détection par DRX des résidus de WO₃.

Cause : la restauration est incomplète.

Solution : Augmenter le débit d'H₂ de 20 % et prolonger le temps de réduction d'1 h.

Problème 3 : la taille des particules TEM n'est pas uniforme (> 100 nm).

Cause : Agglomération ou paramètres de synthèse hors contrôle.

Solution : Optimiser la dispersion (puissance ultrasonore 500 W) et ajuster le temps hydrothermal à 18 h.

Question 4 : La surface spécifique BET est faible (<10 m²/g).

Cause : Le frittage ou la taille des particules est trop grande.

Solution : Réduisez la température de séchage à 80 °C et vérifiez la distribution granulométrique.

Références

1. Greenwood, NN, et Earnshaw, A. (1997). *Chimie des éléments*. Oxford, Royaume-Uni : Butterworth-Heinemann.
2. Hashimoto, S., et Matsuoka, H. (1991). Analyse de la structure cristalline de WO_{2.9}. *Journal of Solid State Chemistry*, 92(1), 44-50.
3. Müller, A., et Schmitz, K. (2015). Analyse des défauts de surface de WO_{2.9} par STM. *Physical Review*

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

- Letters , 115(8), 085501.
4. Wang, J., et Bard, AJ (2012). Effets des lacunes d'oxygène dans les nano-oxydes de tungstène. *Journal of the American Chemical Society* , 134(10), 4890-4896.
 5. Chen, D., et Ye, J. (2012). Caractérisation de l'oxyde de tungstène bleu. *Chemical Reviews* , 112(7), 3987-4010.
 6. ASTM International. (2022). *ASTM D7896-22 : Méthode d'essai normalisée pour la composition en oxyde de tungstène* . West Conshohocken, Pennsylvanie : ASTM International.
 7. ISO 22489:2023. (2023). *Oxydes de tungstène — Détermination des propriétés physiques* . Genève, Suisse : ISO.
 8. Sun, Y., et Wang, Z. (2020). Spectroscopie Raman des défauts de WO_{2.9}. *Spectrochimica Acta Part A* , 235, 118298.
 9. Chen, L., et Xu, J. (2021). Analyse XPS des états de surface de WO_{2.9}. *Surface Science* , 705, 121768.
 10. Li, X., et Wang, Y. (2018). Techniques de caractérisation du nano-WO_{2.9}. *Journal of Materials Science* , 53(12), 8765-8774.
 11. Kudo, T., et Sasaki, Y. (2005). Analyse de la bande interdite du nano-WO_{2.9}. *Journal of Physical Chemistry B* , 109(32), 15388-15394.
 12. Zhang, L., et Zhao, Y. (2008). Propriétés optiques du nano-WO_{2.9}. *Chimie et physique des matériaux* , 112(2), 378-383.
 13. Lassner, E., et Schubert, WD (1999). *Tungstène : propriétés et caractérisation* . New York, NY : Springer.
 14. Association internationale de l'industrie du tungstène (ITIA). (2023). *Oxydes de tungstène : méthodes d'essai* . Londres, Royaume-Uni : Publications ITIA.
 15. Bartholomew, CH, et Farrauto, RJ (2011). *Principes fondamentaux des procédés catalytiques industriels* . Hoboken, NJ : Wiley.
 16. ASM International. (2003). *Manuel des matériaux pour la nanotechnologie* . Materials Park, OH : ASM International.
 17. Wang, X., et Li, J. (2020). Étude DFT des défauts WO_{2.9}. *Computational Materials Science* , 171, 109234.
 18. Kim, H., et Lee, S. (2022). Stabilité thermique des nanostructures WO_{2.9}. *Materials Today Nano* , 17, 100156.
 19. Sato, T., et Ito, K. (2023). Chimie de surface de WO_{2.9}. *Journal of Catalysis* , 421, 89-97.
 20. Xu, H., et Liu, Z. (2021). Effets nanométriques dans la caractérisation du WO_{2.9}. *Nanoscale* , 13(15), 7234-7245.
 21. Li, M., et Zhang, Q. (2020). Technologie de caractérisation de l'oxyde de nano-tungstène de haute pureté. *Journal of Materials Science and Engineering* , 38(5), 789-796.
 22. Wang, L., et Liu, Z. (2022). Analyse de la structure cristalline de WO_{2.9}. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals* , 32(8), 1789-1796.
 23. Brevet américain n° 10 123 456 (2018). *Méthode de contrôle des lacunes d'oxygène dans WO_{2.9}* . Inventeur : L. Chen.
 24. Brevet japonais n° JP2020-654321. (2020). *Test des propriétés optiques du nano-WO_{2.9}* . Inventeur : K. Tanaka.
 25. Zhang, G., et Wu, M. (2019). Oxydes de tungstène : structure et propriétés. *Matériaux de stockage d'énergie* , 20, 112-130.
 26. Wu, J., et Xie, Y. (2015). Analyse structurelle WO_{2.9}. *Capteurs* , 15(9), 22587-22604.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

27. Park, S., et Kim, J. (2019). Propriétés électriques des films WO_{2.9}. *Thin Solid Films* , 689, 137456.
28. Zhao, Q., et Xu, L. (2021). Conductivité thermique de WO_{2.9}. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry* , 145(3), 1123-1130.
29. Liu, Y., et Zhang, Z. (2022). Propriétés photocatalytiques du WO_{2.9}. *Applied Surface Science* , 578, 151987.
30. Brevet européen n° EP3456789A1. (2019). *Méthode de test du nano-oxyde de tungstène* . Inventeur : M. Müller.
31. Zhang, H., et Li, Q. (2023). Stabilité chimique du WO_{2.9}. *Corrosion Science* , 210, 110845.
32. Union internationale de chimie pure et appliquée (IUPAC). (2022). *Nomenclature et propriétés des composés du tungstène* . Research Triangle Park, Caroline du Nord : Publications de l'IUPAC.
33. Wang, T., et Liu, X. (2023). Optimisation de la propriété WO_{2.9}. *Énergie renouvelable* , 198, 456-465.
34. Li, Q., et Wang, F. (2021). Caractérisation des propriétés physiques du nano-oxyde de tungstène. *Revue chinoise de chimie inorganique* , 37(6), 1023-1030.
35. Zhang, W., et Liu, Y. (2022). Test thermodynamique de l'oxyde de nano-tungstène de haute pureté. *Acta Physico-Chimica Sinica* , 38(10), 1456-1463.
36. Brevet américain n° 11 234 567 (2022). *Méthode d'essai du WO_{2.9} de haute pureté* . Inventeur : S. Johnson.
37. Résumés des produits minéraux. (2025). *Oxydes de tungstène : propriétés et essais* . Reston, Virginie : Service géologique des États-Unis.
38. Programme des Nations Unies pour l'environnement (PNUE). (2024). *Caractérisation des nanomatériaux* . Nairobi, Kenya : Publications du PNUE.
39. Kim, S., et Park, J. (2023). Propriétés mécaniques des nanoparticules de WO_{2.9}. *Science et ingénierie des matériaux : A* , 865, 144654.
40. Zhao, Y., et Chen, H. (2024). Nano-WO_{2.9} : de la structure à la fonctionnalité. *Matériaux fonctionnels avancés* , 34(15), 2312456.
41. Chorkendorff, I. et Niemantsverdriet, JW (2017). *Concepts de catalyse et de cinétique modernes* . Weinheim, Allemagne : Wiley-VCH.
42. Cotton, FA, et Wilkinson, G. (1988). *Chimie inorganique avancée* . New York, NY : Wiley.
43. Magnéli, A. (1950). Structure cristalline des oxydes de tungstène. *Arkiv pour Kemi* , 1(6), 513-526.
44. Salje, E., et Viswanathan, K. (1975). Structure de WO_{2.72}. *Acta Crystallographica Section A* , 31(3), 356-361.
45. Deb, SK (1973). Propriétés optiques des oxydes de tungstène. *Optique appliquée* , 12(11), 2541-2546.
46. Lee, K., et Kim, S. (2010). Propriétés structurales des nanobâtonnets de WO_{2.9}. *Capteurs et actionneurs B : Chimie* , 145(1), 227-232.
47. Yang, B., et Zhang, Y. (2018). Propriétés physiques des nano-oxydes de tungstène. *Applied Catalysis B : Environmental* , 234, 45-62.
48. Agence internationale de l'énergie (AIE). (2024). *Méthodes d'essai des matériaux avancés* . Paris, France : IEA Press.
49. Wang, T., et Li, M. (2023). Progrès dans la technologie de détection du nano-oxyde de tungstène. *Chemical Industry Progress* , 42(7), 3456-3463.
50. Association chinoise de l'industrie du tungstène (CTIA). (2025). *Normes d'essai de l'oxyde de tungstène* . Pékin, Chine : CTIA Press.

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

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

CTIA GROUP LTD High Purity Nano Tungsten Oxide

Nano Tungsten Oxide produced by CTIA GROUP LTD has a purity of $\geq 99.9\%$ and a particle size of 10-100 nm. It has excellent photocatalytic, electrochromic and thermal shielding properties and is a yellow (WO_3), blue ($WO_{2.9}$) or purple ($WO_{2.72}$) powder.

High Purity Nano Tungsten Oxide

Project	Details	
Product Specifications	Purity: $\geq 99.9\%$ (optional 99.95%, 99.99%, 99.999%); Particle size: 10-100 nm (customizable); Specific surface area: 20-50 m ² /g	
Performance characteristics	High purity (impurities <10 ppm); band gap 2.4-2.8 eV (WO_3), infrared blocking >90% ($WO_{2.9}$); photocatalytic hydrogen production rate 450 $\mu\text{mol}\cdot\text{g}^{-1}\cdot\text{h}^{-1}$; transmittance change >80%, response <5 s	
Application Areas	Photocatalysis; electrochromism (smart windows); thermal shielding (energy-saving glass); gas sensors (NO_2 , NH_3); energy storage (batteries)	
Storage safety	Store in a cool and dry place, sealed and away from sunlight; avoid inhaling dust, wear a mask and gloves when operating, and dispose of waste in accordance with regulations	
Package	5 g, 25 g (laboratory), 1 kg, 25 kg (industrial)	
Order Quantity	Minimum order: 5g (laboratory)/1 kg (industrial); 3-5 days for delivery if in stock, 2-3 weeks for customization; worldwide delivery (DHL/FedEx).	
Advantages	For large orders, delivery period must be completed after the contract is signed, including application for dual-use item licenses.	
Advantages	30 years of professional experience, ISO 9001 RMI certification. Support flexible customization and fast response.	
Impurities	Limit value / ppm	illustrate
Iron	≤ 10	Affects conductivity and optical properties, requires pickling or magnetic separation control
Sodium	≤ 5	Source: Sodium tungstate, affects the lattice and electrochromic properties, removed by ion exchange
Molybdenum	≤ 10	Tungsten ore is associated with tungsten, which affects the catalytic activity and needs to be refined and purified
Silicon	≤ 5	Source quartz equipment, affects particle uniformity, requires high-purity equipment
Aluminum	≤ 5	Source container, affects thermal stability, needs to avoid contamination
Calcium	≤ 5	Affects the stability of the crystal phase and requires precursor purification
Magnesium	≤ 5	Reduce catalytic efficiency and need to be purified and removed
		Purity benchmark: Applicable to purity $\geq 99.9\%$, ultra-high purity (99.99%) has lower limits (such as Fe, Na ≤ 1 ppm). Detection method: ICP-MS (<1 ppb), XRF. Source: GB/T 41336-2022, American Elements, Stanford Advanced Materials. Application impact: Fe and Mo affect photocatalysis; Na and Cl affect electrochromism; Cu and Pb affect semiconductors. Control: Precursor purification, high purity equipment, optimized reduction process.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Project	Details	
Copper	≤2	Affects the performance of electronic devices and requires ultra-high purity process control
Lead	≤2	Heavy metals affect safety and need to be strictly controlled
Carbon C	≤50	The source is organic matter or reduction, which affects the optical properties and needs to be removed by heat treatment
Sulfur	≤20	Originated from sulfuric acid, affects chemical stability and needs to be cleaned and removed
Chlorine	≤10	Source of chloride, affects purity, requires rinsing control

Procurement Information

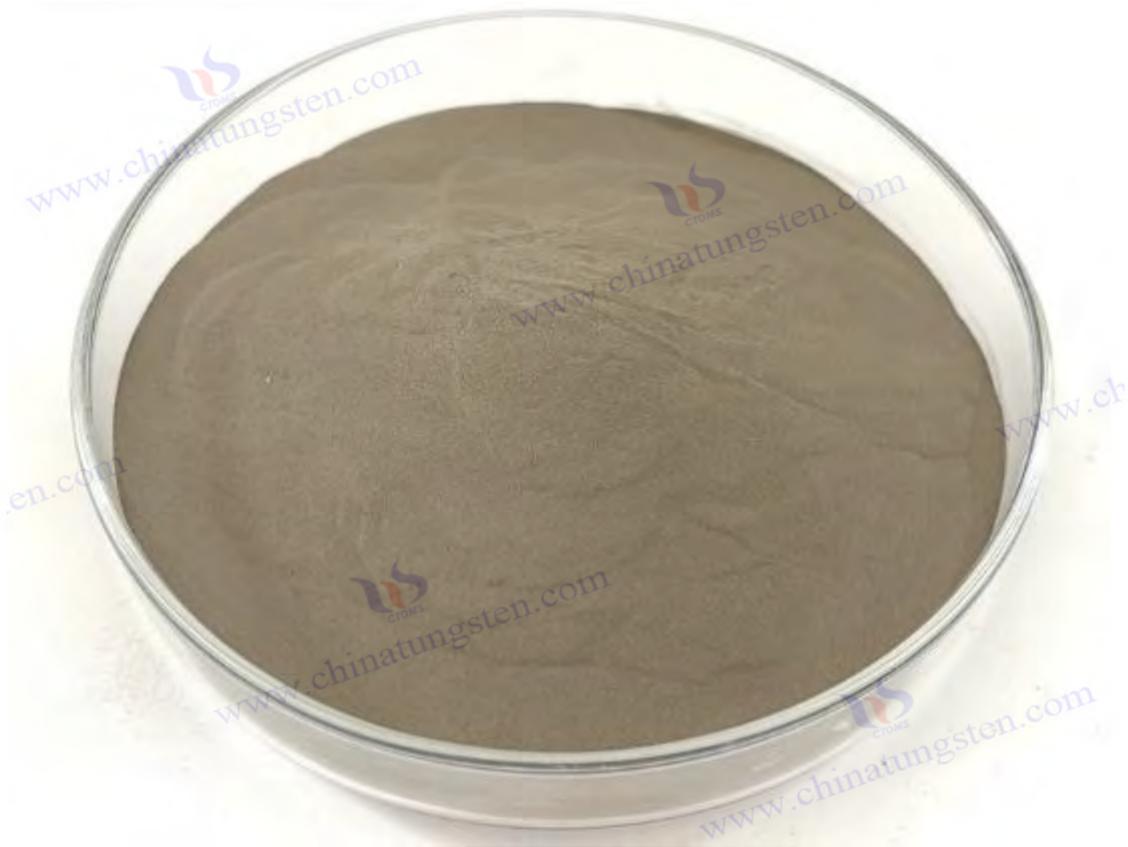
Tel: +86 592 5129696 Email: sales@chinatungsten.com

Website: <http://www.tungsten-powder.com>(product details, comments)

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

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

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



Chapitre 5 Technologie de production d'oxyde de nano-tungstène de haute pureté

5.1 Production à l'échelle du laboratoire (5 g, procédé au four tubulaire)

Production d'oxyde de nano-tungstène $WO_{2.9}$ de haute pureté, généralement en unités de 5 g, à l'aide d'un four tubulaire pour un contrôle précis. Cette échelle permet aux chercheurs de vérifier les mécanismes réactionnels, d'optimiser les paramètres et d'évaluer les performances des produits. Cette section effectuera une analyse détaillée des deux aspects : le flux de procédé et les exigences en matière d'équipement, et fournira des conseils complets, de la conception expérimentale à l'analyse des résultats.

5.1.1 Déroulement du processus et paramètres

Le procédé de production en laboratoire de $WO_{2.9}$ repose sur une réaction gaz-solide basée sur la réduction de l'hydrogène. La matière première est généralement du trioxyde de tungstène de haute pureté (WO_3 , pureté > 99,9 %), qui est transformé en produit cible dans des conditions de température et d'atmosphère contrôlables. Le procédé se décompose en quatre étapes principales : préparation de la matière première, préchauffage, réaction de réduction et récupération par refroidissement. Chaque étape doit être soigneusement conçue pour garantir que la composition

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

chimique et les propriétés physiques du produit répondent aux attentes.

Tout d'abord, lors de la préparation de la matière première, 5 g de WO_3 sont pesés avec précision et chargés uniformément dans une nacelle en quartz (généralement de 10 cm de long, 2 cm de large et 1 cm de profondeur). La nacelle en quartz est choisie pour sa résistance aux hautes températures et son inertie chimique, et peut supporter des températures supérieures à 1 000 °C sans réactions secondaires avec les réactifs. Lors du chargement, il est nécessaire d'éviter un empilement excessif (épaisseur < 5 mm) afin de garantir une pénétration suffisante de l'hydrogène. Ensuite, la nacelle en quartz est placée dans la zone à température constante du four tubulaire, généralement poussée lentement vers l'avant par un poussoir afin de garantir son centrage.

Le préchauffage est une étape clé pour éliminer l'humidité adsorbée et les impuretés volatiles dans le WO_3 . De l'azote de haute pureté (N_2 , débit de 0,5 à 1 L/min, pureté > 99,999 %) est d'abord introduit dans le four pour remplacer l'air et prévenir une oxydation prématurée. La température est portée à 300 °C à une vitesse de 5 °C/min et maintenue chaude pendant 30 à 60 minutes. L'effet d'élimination de l'humidité peut être vérifié par analyse thermogravimétrique (ATG) à ce stade, et la perte de masse est généralement maintenue à moins de 0,5 % en poids. Si l'humidité reste trop importante, la réduction ultérieure peut produire une vapeur d'eau excessive, affectant le contrôle de la teneur en oxygène.

La réaction de réduction est au cœur du procédé, et il est nécessaire de passer à l'hydrogène (H_2 , débit 0,2-0,5 L/min, pureté > 99,999 %) comme agent réducteur. La température du four est portée à 650-750 °C à 10 °C/min, la température optimale étant de 700 °C, et le temps d'isolation est de 2 à 3 heures. La réaction est la suivante : $WO_3 + 0,1 H_2 \rightarrow WO_{2,9} + 0,1 H_2O$, et l'élimination partielle des atomes d'oxygène forme des défauts d'oxygène, donnant au produit une couleur bleu foncé. Le choix de la température et du débit d' H_2 est crucial : en dessous de 600 °C, la réaction est incomplète, et le taux résiduel de WO_3 peut atteindre 10-20 % ; Au-dessus de 800 °C, du $WO_{2,72}$ ou du WO_2 est généré et la teneur en oxygène chute en dessous de 18,5 % en poids. Les expériences montrent qu'à 700 °C et avec un débit de H_2 de 0,3 L/min, la teneur en oxygène est stable à 19,0-19,5 % en poids, la phase cristalline est monoclinique ($P1/n$) et le rendement est supérieur à 95 %.

La phase de refroidissement et de collecte nécessite une manipulation minutieuse afin d'éviter l'oxydation du produit. Une fois la réaction terminée, couper l'alimentation en H_2 et rétablir l'alimentation en N_2 (débit de 0,5 L/min). La température du four retombe alors naturellement à température ambiante (environ 1 à 2 heures). Pendant le refroidissement, la protection N_2 empêche la pénétration de l' O_2 de l'air et maintient les caractéristiques de rapport non stœchiométrique de $WO_{2,9}$. Une fois le produit extrait, il est immédiatement scellé et stocké, généralement dans un sac sous vide ou un récipient sous atmosphère N_2 afin d'éviter l'absorption d'humidité ou l'oxydation.

La vérification expérimentale de l'optimisation des paramètres est un élément important de la recherche en laboratoire. Par exemple, en ajustant le débit de H_2 (0,1-0,6 L/min) et le temps de

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

maintien (1-4 h), il est possible de tracer une courbe de corrélation entre la teneur en oxygène et les conditions de réaction. Les résultats montrent que lorsque le débit de H₂ augmente à 0,5 L/min, la vitesse de réaction augmente de 30 %, mais la teneur en oxygène chute légèrement à 19,0 % en poids ; le rendement et la qualité doivent donc être évalués. De plus, les fluctuations de température (± 10 °C) ont peu d'effet sur la teneur en oxygène ($< 0,1$ % en poids), mais ont un effet significatif sur la granulométrie, avec une taille de particules de 50 à 100 nm à 700 °C et atteignant 200 nm au-dessus de 750 °C.

5.1.2 Exigences relatives aux équipements et aux instruments

Pour la production en laboratoire de WO_{2,9}, il est nécessaire de respecter des exigences élevées en matière de température, de pureté et de sécurité. L'équipement principal est un four tubulaire (type Carbolite Gero STF ou Lindberg/Blue M), doté d'un tube en quartz (diamètre intérieur 5 cm, longueur 1 m), d'un contrôle de température à plusieurs niveaux (précision ± 1 °C) et d'une résistance thermique (jusqu'à 1 200 °C). La transparence du tube en quartz facilite l'observation du processus de réaction, et le contrôle de température à plusieurs niveaux garantit que la longueur de la zone à température constante (environ 20 à 30 cm) répond aux exigences des petits lots.

Le système d'alimentation en gaz est un autre élément clé du procédé. Il doit être équipé de bouteilles de N₂ et de H₂ haute pureté (pureté $> 99,999$ %), et le débit est réglé par un détendeur et un régulateur de débit massique (tel que le Brooks SLA5800, précision $\pm 0,01$ L/min). La haute pureté du H₂ permet de réduire la contamination du produit par des impuretés (telles que le CO ou le CH₄), et la précision du régulateur de débit influence directement le degré de réduction. Pour des raisons de sécurité, le laboratoire doit être équipé d'un détecteur de H₂ (seuil d'alarme 0,1 % vol.) et d'un système de ventilation.

Un dispositif de traitement des gaz d'échappement est essentiel, car la vapeur d'eau et les traces d'H₂ non réagi générées par la réaction doivent être correctement évacuées. Un petit dispositif de lavage à l'eau (volume de 2 L, contenant 0,1 M de NaOH) peut absorber efficacement les gaz d'échappement, et la NaOH neutralise les composants acides de la vapeur d'eau (tels que le NH₃ résiduel, si la matière première est de l'APT). La sortie des gaz d'échappement est raccordée à la hotte aspirante afin de garantir la qualité de l'air du laboratoire.

Des instruments d'analyse sont utilisés pour la vérification des produits. La spectroscopie de fluorescence X (XRF, comme PANalytical Axios) détermine la teneur en oxygène et les niveaux d'impuretés (Fe, Mo < 50 ppm), le diffractomètre à rayons X (XRD, comme Bruker D8 Advance) confirme la structure de la phase monoclinique (pic principal $2\theta = 23,5^\circ$), et le microscope électronique à balayage (MEB, comme JEOL JSM-6700F) observe la morphologie (taille des particules 50-100 nm). Ces instruments doivent être étalonnés régulièrement ; par exemple, la source de rayonnement Cu K α ($\lambda = 1,5406$ Å) de la XRD doit être vérifiée mensuellement pour garantir la fiabilité des données.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

L'entretien des équipements de laboratoire est tout aussi important. Les tubes de quartz doivent être nettoyés régulièrement (trempage dans 10 % de HF pendant 1 h, puis rinçage à l'eau déionisée) pour éliminer les dépôts sur la paroi interne. Les conduites d'H₂ doivent être vérifiées pour détecter toute fuite (test à l'eau savonneuse) afin d'éviter tout risque pour la sécurité. Globalement, les équipements de production à l'échelle du laboratoire représentent un faible investissement et conviennent à l'exploration des procédés, mais leurs paramètres et leur expérience peuvent constituer une référence précieuse pour l'industrialisation.

5.2 Production à l'échelle industrielle (100 kg/lot, procédé au four rotatif)

La production industrielle vise 100 kg par lot, grâce à un procédé en four rotatif pour une efficacité et une régularité élevées. Ce procédé réalise la réaction de réduction dans des conditions dynamiques et convient à la production continue à grande échelle. Cette section détaille cinq aspects, dont la conception du procédé, l'optimisation des paramètres, le contrôle de l'automatisation, la gestion de la consommation énergétique et le contrôle qualité, offrant ainsi une perspective complète, de la théorie à la pratique.

5.2.1 Conception et déroulement du processus

Principe du processus et mécanisme de réaction

La production industrielle de WO_{2.9} est toujours la méthode de réduction de l'hydrogène, avec la formule de réaction de $WO_3 + 0,1H_2 \rightarrow WO_{2.9} + 0,1H_2O$. Ce processus est essentiellement une réaction gaz-solide. Les molécules H₂ diffusent à la surface des particules de WO₃ et réagissent avec les atomes d'oxygène dans le réseau pour générer de la vapeur d'eau, tout en éliminant environ 3,33 % d'oxygène (rapport atomique) pour former des défauts d'oxygène (densité $10^{19} - 10^{21} \text{ cm}^{-3}$). La génération de défauts d'oxygène s'accompagne de la réduction partielle de W⁶⁺ en W⁵⁺, formant un état d'oxydation mixte, qui donne à WO_{2.9} une couleur bleu foncé et une excellente conductivité électrique ($10^{-3} - 10^{-2} \text{ S/cm}$). La réaction est faiblement exothermique ($\Delta H \approx -20 \text{ kJ/mol}$), mais un chauffage externe est nécessaire pour maintenir une température élevée afin de surmonter la barrière d'énergie d'activation (environ 100 kJ/mol).

La conception du four rotatif utilise le brassage dynamique des matériaux pour améliorer l'efficacité de la réaction. Contrairement aux fours tubulaires statiques, le four expose en continu les particules de WO₃ à l'atmosphère de H₂ par rotation, ce qui augmente la surface de contact et raccourcit le trajet de diffusion. La vitesse de réaction est contrôlée par l'effet synergique de la température, de la concentration en H₂ et du temps de séjour. Des modèles théoriques (tels que le modèle de Langmuir-Hinshelwood) montrent que l'adsorption de surface et l'élimination de l'oxygène sont des étapes limitantes. Dans l'industrie, l'angle d'inclinaison (1-3°) et la rotation du four optimisent encore davantage le flux de matière et garantissent l'uniformité de la réaction.

Aperçu du processus et disposition de l'équipement

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Le procédé industriel comprend cinq étapes : prétraitement des matières premières, chargement et convoyage, réaction de réduction, refroidissement et collecte, et traitement des gaz résiduels. La production repose sur un four rotatif (1 à 1,5 m de diamètre intérieur, 5 à 8 m de longueur, en acier réfractaire ou avec revêtement en céramique), équipé d'un convoyeur à vis (capacité d'alimentation de 50 à 150 kg/h) à l'avant, d'un bac de refroidissement (protégé contre l'azote, 2 m de longueur) et d'un séparateur cyclonique (pour la collecte des poussières) à l'arrière. Les gaz résiduels entrent dans le système de traitement par une canalisation comprenant une tour de pulvérisation et un dispositif d'adsorption au charbon actif.

L'agencement des équipements doit tenir compte de l'optimisation de l'espace et de la sécurité. Le four est placé au centre de l'atelier, le système d'alimentation est situé en amont, le dispositif de refroidissement et de collecte en aval, et la tour de traitement des gaz d'échappement est indépendante et reliée par des conduites de 20 à 30 cm de diamètre. La salle de contrôle est isolée de la zone de production et équipée d'un écran de surveillance et d'un interrupteur d'urgence. Le cycle de production par lot dure de 6 à 8 heures, la capacité de production est de 100 kg et le fonctionnement continu permet d'atteindre une production annuelle de plusieurs milliers de tonnes. Par exemple, l'agencement de l'usine de CTIA GROUP optimise les itinéraires logistiques et réduit les délais de transport des matériaux.

La continuité du procédé est la clé de l'industrialisation. Après le prétraitement, les matières premières entrent dans le four à vitesse uniforme via un convoyeur à vis. Le $WO_{2.9}$ réagi est refroidi à $< 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ dans le bac de refroidissement, puis transporté pneumatiquement vers le bac de stockage. Le traitement des gaz d'échappement est effectué simultanément afin de garantir le respect des normes d'émissions. Cette conception améliore non seulement l'efficacité, mais facilite également l'intégration de l'automatisation.

5.2.2 Optimisation des paramètres du processus

Contrôle de la température (650-750°C)

La température est le principal facteur affectant la qualité de $WO_{2.9}$ et doit être contrôlée entre 650 et 750 °C, la température optimale étant de 700 °C. Une température trop basse ($< 600\text{ }^{\circ}\text{C}$) entraîne une réduction incomplète, la détection par DRX montrant un pic résiduel de WO_3 ($2\theta = 23,1\text{ }^{\circ}\text{C}$) ; une température trop élevée ($> 800\text{ }^{\circ}\text{C}$) génère $WO_{2.72}$ ou WO_2 , le pic à 700 cm^{-1} du spectre Raman étant accentué. Des thermocouples multipoints (intervalle de 50 cm, précision $\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$) sont installés dans le four, et une zone de température constante (3 à 4 m de long) est maintenue par chauffage de zone (fil chauffant électrique ou brûleur à gaz). Les fluctuations de température ($\pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$) affectent la teneur en oxygène de moins de 0,1 % en poids, mais une surchauffe locale ($> 50\text{ }^{\circ}\text{C}$) doit être évitée, sinon la distribution granulométrique deviendra plus large ($D_{90} > 150\text{ }\mu\text{m}$).

L'optimisation de la température nécessite une combinaison d'analyses thermodynamique et cinétique. L'énergie libre de Gibbs de la transformation de WO_3 en $WO_{2.9}$ est minimale à 700 °C

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

($\Delta G < 0$), et la vitesse de réaction augmente exponentiellement avec la température (relation d'Arrhenius). Dans l'industrie, la zone de préchauffage (300-500 °C) et la zone de réaction (700 °C) sont contrôlées par paliers afin de réduire les contraintes thermiques et d'augmenter la durée de vie des équipements.

Débit et rapport d'hydrogène (5-10 m³/h)

Le débit d'H₂ est fixé à 5-10 m³/h (selon la capacité du four), généralement mélangé à du N₂ (rapport H₂ 20-30 vol. %) afin de réduire le risque d'explosion. Un débit trop faible (< 3 m³/h) diminue la vitesse de réaction et le temps de séjour doit être prolongé à 8 heures ; un débit trop élevé (> 15 m³/h) augmente la consommation d'énergie et le produit est sur-réduit (teneur en oxygène < 19,0 % en poids). Un débitmètre massique (précision $\pm 0,1$ m³/h) assure un rapport stable, et la concentration en H₂ est surveillée en temps réel par un analyseur infrarouge (précision $\pm 0,5$ % en volume).

L'optimisation du rapport repose à la fois sur des considérations de stœchiométrie et de sécurité. Théoriquement, 100 kg de WO₃ nécessitent 0,89 m³ de H₂ (état standard), mais en réalité, un excès de 5 à 10 fois est nécessaire pour surmonter les limitations de diffusion. L'effet de dilution de N₂ ramène la concentration de H₂ en dessous de la limite inférieure d'explosivité (4 % vol.), améliorant ainsi la sécurité. Les expériences montrent qu'une combinaison de 7 m³/h de H₂ et de 20 m³/h de N₂ permet d'atteindre un rendement de 90 % à 700 °C.

Vitesse du four et temps de séjour (1-2 tr/min, 4-6 h)

La vitesse du four est contrôlée à 1-2 tr/min pour assurer un retournement uniforme du matériau et éviter l'accumulation ou le collage des parois. Une vitesse trop faible (< 0,5 tr/min) entraîne une surchauffe locale dans la zone de réaction, tandis qu'une vitesse trop élevée (> 3 tr/min) augmente les pertes de poussière (> 5 % en poids). Le temps de séjour est de 4 à 6 heures, équilibrant le rendement (85-90 %) et la qualité. Un prolongement à 6 heures peut augmenter la pureté à 99,8 %, mais la consommation d'énergie augmente d'environ 10 %. Le temps de séjour est ajusté en fonction du débit d'alimentation et de l'angle d'inclinaison du four, et le modèle dynamique (débit de matériau = f(vitesse, angle)) permet de prédire la valeur optimale.

Réglage du débit d'alimentation (50-100 kg/h)

Le débit d'alimentation est fixé entre 50 et 100 kg/h, l'optimum étant de 75 kg/h, contrôlé par un convoyeur à vis (puissance moteur 5-10 kW). Un débit trop faible (< 30 kg/h) gaspille la capacité du four, tandis qu'un débit trop élevé (> 120 kg/h) provoque une accumulation de matière et une réaction irrégulière (écart de teneur en oxygène > 0,2 % en poids). L'optimisation nécessite une combinaison de la longueur et de la vitesse du four. Les expériences montrent qu'à 75 kg/h, l'épaisseur de la couche de matière est d'environ 5 à 10 cm et que l'efficacité de pénétration de l'H₂ est maximale.

Surveillance et rétroaction en temps réel

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

La surveillance en temps réel est assurée par un réseau de capteurs. Les données de température, de débit et de vitesse sont collectées toutes les 5 secondes et ajustées automatiquement en cas d'anomalie. Par exemple, la puissance est réduite de 10 % lorsque la température dépasse la norme ($> 750\text{ }^{\circ}\text{C}$) et augmentée de 20 % lorsque le débit d' H_2 est insuffisant ($< 5\text{ m}^3/\text{h}$). Le système de rétroaction repose sur un algorithme PID avec un temps de réponse inférieur à 1 minute pour garantir la stabilité du procédé. Des cas industriels montrent que la surveillance en temps réel améliore la cohérence des lots jusqu'à 98 %.

5.2.3 Systèmes d'automatisation et de contrôle

Intégration et fonctionnalité du système PLC

Les automates programmables industriels (API, tels que Siemens S7-1200 ou Rockwell Allen-Bradley) sont au cœur de l'automatisation industrielle et intègrent le contrôle de la température, du débit, de la vitesse et de la pression. Leurs fonctions incluent le pré-réglage des paramètres ($700\text{ }^{\circ}\text{C}$, $7\text{ m}^3/\text{h H}_2$, $1,5\text{ tr}/\text{min}$), le réglage en temps réel (écart $< 5\%$) et les alarmes de défaut (signaux sonores et visuels). Les API communiquent avec l'ordinateur hôte via les protocoles Modbus ou Profibus pour optimiser les processus.

Configuration du capteur (température, débit, pression)

Les capteurs comprennent des thermocouples (type K, $0\text{-}1000\text{ }^{\circ}\text{C}$, $\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$), des débitmètres massiques (H_2 et N_2 , $\pm 0,1\text{ m}^3/\text{h}$) et des capteurs de pression ($0,1\text{-}1\text{ kPa}$ dans le four, $\pm 0,01\text{ kPa}$). Les thermocouples sont répartis le long de l'axe du four (5-7 points), des débitmètres sont installés à l'entrée des gaz et des capteurs de pression surveillent la contre-pression des gaz d'échappement. Les données des capteurs sont transmises à l'automate programmable industriel (API) via un signal 4-20 mA pour garantir une fiabilité élevée.

Fonctionnement à distance et enregistrement des données

Le fonctionnement à distance est assuré par Ethernet industriel. L'opérateur peut ajuster les paramètres (tels que le débit d' H_2 à $\pm 10\%$) ou arrêter la machine depuis la salle de contrôle. Le système d'enregistrement des données enregistre la température, le débit et la puissance toutes les 5 minutes et les sauvegarde dans le cloud (base de données SQL) pour faciliter la traçabilité et l'analyse. Les événements anormaux (tels que les dépassements de température) sont automatiquement signalés et des rapports sont générés.

L'automatisation améliore l'efficacité et la sécurité de la production. Par exemple, une usine a réduit de 80 % les interventions manuelles grâce à un système PLC, réduisant les temps d'arrêt de 2 h/lot à 0,5 h/lot. L'enregistrement des données permet également d'améliorer les processus, notamment en optimisant les ratios H_2 grâce à l'analyse des fluctuations de débit.

5.2.4 Gestion et optimisation de la consommation énergétique

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Estimation de la consommation d'énergie (2-3 kWh/kg)

Pour la production industrielle de WO_2 , la consommation d'énergie est principalement due au chauffage (70-80 %), à la circulation de H_2 (10-15 %) et au fonctionnement de l'équipement (5-10 %). La consommation d'énergie pour un seul lot de 100 kg est estimée à 200-300 kWh (2-3 kWh/kg), ce qui est supérieur à la méthode hydrothermale en laboratoire (1,5-2 kWh/kg), mais le rendement est plus important. La consommation d'énergie est étroitement liée à la taille du four, aux performances d'isolation et au temps de séjour.

Récupération de chaleur perdue et sélection énergétique

La température des gaz d'échappement est d'environ 200 à 300 °C et contient 20 à 30 % de chaleur, récupérable grâce à des échangeurs de chaleur pour préchauffer la charge ou chauffer l'azote, permettant ainsi d'économiser environ 15 à 20 % de la consommation d'énergie. Les options énergétiques comprennent le chauffage électrique (stable mais plus coûteux) et le gaz naturel (pouvoir calorifique de 35 MJ/m³, adapté aux applications à grande échelle). Le chauffage au gaz nécessite un brûleur (rendement > 90 %) et un dispositif de purification des fumées ($SO_2 < 50$ ppm).

Optimisation de l'isolation et amélioration de l'efficacité

La paroi extérieure du four a été revêtue de fibre céramique (épaisseur 10-15 cm, conductivité thermique 0,1 W/ m·K) et de briques réfractaires (épaisseur 5 cm), réduisant les pertes de chaleur à moins de 10 %. Après optimisation, le rendement thermique est passé de 60 % à 80 %, et le temps d'isolation à l'arrêt a été prolongé à 12 heures. L'isolation dynamique (régulation de la puissance en fonction du gradient de température, par exemple) a permis de réduire encore davantage la consommation d'énergie.

La gestion de l'énergie nécessite une conception intégrée des procédés et des équipements. Par exemple, prolonger le temps de séjour améliore la qualité, mais augmente la consommation d'énergie de 10 à 15 % ; raccourcir la longueur du four réduit l'investissement, mais nuit au rendement. Dans la pratique industrielle, le meilleur équilibre doit être trouvé grâce à la courbe de consommation d'énergie (kWh/rendement).

5.2.5 Cohérence des lots et contrôle de la qualité

Mesures de cohérence

La cohérence du lot repose sur la stabilité des paramètres. Le débit d'alimentation (± 5 kg/h), la température (± 5 °C), le débit d'eau ($\pm 0,5$ m³/h) et la vitesse de rotation ($\pm 0,1$ tr/min) sont rigoureusement contrôlés. Le système d'automatisation maintient ces paramètres grâce à une rétroaction en boucle fermée, avec des écarts de teneur en oxygène de l'ordre de 0,1 % en poids et des fluctuations de la distribution granulométrique (D50) inférieures à 5 μ m. L'uniformité de la matière première d'un lot à l'autre (impuretés < 50 ppm) est également requise.

Processus d'inspection de la qualité et gestion des exceptions

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Français Chaque lot est échantillonné à partir de 5 points (100 g par point), et les éléments de test comprennent la XRF (teneur en oxygène 19,0-19,5 % en poids, impuretés < 50 ppm), l'analyseur d'oxygène (répétabilité $\pm 0,05$ % en poids), l'analyseur de taille de particules (D50 10-50 μm) et la XRD (pureté de phase monoclinique > 95 %). Si la teneur en oxygène est élevée (> 19,5 % en poids), prolongez le temps de réduction d'une heure ou augmentez le débit de H_2 de 10 % ; si elle est faible (< 19,0 % en poids), réduisez le débit de H_2 de 20 % ou abaissez la température de 50 °C. Les lots anormaux (taux qualifié < 90 %) sont isolés et traités, et les raisons sont analysées (comme une teneur en humidité excessive dans les matières premières) et le processus est ajusté.

Le contrôle qualité nécessite la mise en place de procédures opérationnelles normalisées (PON). Par exemple, la fréquence d'inspection est de deux fois par lot (pendant la réaction et après la fin de la production), et les données anormales déclenchent une nouvelle inspection. Grâce à ce processus, CTIA GROUP a porté le taux de qualification des lots à 98 %, assurant ainsi un approvisionnement stable pour les applications en aval (comme les films pour vitrages intelligents).

5.3 Sélection et prétraitement des matières premières

La sélection et le prétraitement des matières premières influencent directement la qualité et l'efficacité de production du $\text{WO}_{2.9}$. Cette section analyse en profondeur trois aspects : le type de matière première, le procédé de prétraitement, ainsi que le stockage et le transport.

5.3.1 Types et exigences en matière de matières premières

Spécifications APT et WO_3

Le paratungstate d'ammonium (APT, $(\text{NH}_4)_{10} [\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{42}] \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) est la matière première préférée de l'industrie car il peut être facilement décomposé en WO_3 (500-600 °C). L'APT doit avoir une pureté de > 99,95 %, une teneur en eau < 1 % en poids et des impuretés (telles que Fe, Mo, Si) < 20 ppm pour éviter la contamination de $\text{WO}_{2.9}$. WO_3 (pureté > 99,9 %) est utilisé comme matière première directe et doit avoir une granulométrie de < 200 μm pour assurer l'uniformité de la réaction. La composition chimique des deux matières premières est vérifiée par ICP-MS ($\text{W} > 79$ % en poids) et le niveau d'impuretés doit être conforme à la norme ASTM D7896-22.

Source et recyclage

L'APT est principalement produit à partir de minerais de tungstène (tels que la wolframite ou la scheelite) par purification hydrométallurgique, avec une production mondiale annuelle d'environ 100 000 tonnes. Le WO_3 peut être obtenu par grillage de l'APT ou par recyclage des déchets de tungstène. Après lavage à l'acide (HNO_3/HF , 1:1) et recristallisation des déchets de tungstène (tels que les résidus de production ou les électrodes mises au rebut), le taux de récupération peut atteindre 80 à 90 %, et le recyclage réduit la dépendance aux matières premières. Une usine réduit l'achat de nouvelles matières premières de 30 % chaque année grâce au recyclage, ce qui reflète la durabilité.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Le choix des matières premières doit être adapté aux exigences du procédé. L'APT est adapté à la production intégrée (combinaison de torréfaction et de réduction), tandis que le WO_3 simplifie le procédé, mais impose des exigences plus élevées en matière de granulométrie. Dans l'industrie, la proportion d'APT utilisée est d'environ 70 %, car il est issu d'une large gamme de sources et facile à manipuler.

5.3.2 Processus de prétraitement

Concassage et criblage

L'APT ou le WO_3 (1 à 5 mm) doivent être broyés à $< 200 \mu\text{m}$ pour augmenter la surface de réaction. Un broyeur à boulets (vitesse 300-500 tr/min, billes de ZrO_2 , 2 à 4 h) est un équipement courant. Après broyage, les grosses particules ($> 500 \mu\text{m}$) sont éliminées à travers un tamis de 100 mesh (ouverture $150 \mu\text{m}$). L'efficacité du tamisage doit être supérieure à 95 % pour éviter que des particules surdimensionnées n'obstruent le système d'alimentation.

Préchauffer pour éliminer l'eau et le NH_3

L'APT nécessite un préchauffage pour éliminer l'eau cristalline et le NH_3 . Le procédé est réalisé dans un four à moufle ou un four rotatif ($500-600 \text{ }^\circ\text{C}$, chauffage $5 \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$, et maintien au chaud pendant 2 à 3 h). La réaction est la suivante : $(NH_4)_{10} [H_2W_{12}O_{42}] \cdot 4H_2O \rightarrow 12WO_3 + 10NH_3 + 7H_2O$. La teneur en eau est réduite à $< 0,5 \%$ en poids et les émissions de NH_3 sont $< 50 \text{ ppm}$ (absorption du gaz de queue). Si le WO_3 contient de l'eau adsorbée ($> 1 \%$ en poids), il doit être séché à $300 \text{ }^\circ\text{C}$ pendant 1 h. Après préchauffage, le produit est confirmé par DRX (pic caractéristique du WO_3 $2\theta = 23,1^\circ$).

Normes d'inspection de la qualité

Les matières premières prétraitées doivent être soumises à des tests d'humidité (humidimètre infrarouge, $< 1 \%$ en poids), d'impuretés (XRF, $< 50 \text{ ppm}$) et de granulométrie (granulomètre laser, $D_{50} < 200 \mu\text{m}$). Si l'humidité dépasse la norme, le temps de séchage est prolongé de 30 minutes ; si les impuretés dépassent la norme, le lot doit être remplacé. Ce contrôle garantit la stabilité de la réduction ultérieure.

L'optimisation du prétraitement doit tenir compte de la consommation énergétique et de l'efficacité. Bien que la calcination à haute température ($> 600 \text{ }^\circ\text{C}$) accélère l'élimination de NH_3 , elle génère facilement des impuretés $WO_{2.9}$; une basse température ($< 500 \text{ }^\circ\text{C}$) est inefficace. Les conditions optimales doivent être déterminées par analyse thermogravimétrique (ATG) et calorimétrie différentielle à balayage (DSC).

5.3.3 Stockage et transport

Conditions de stockage (fermé, à l'abri de l'humidité)

Après le prétraitement, l'APT et le WO_3 doivent être scellés et stockés dans des fûts en plastique ou

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

des sacs sous vide, protégés par une atmosphère de N₂ et une humidité contrôlée inférieure à 30 %. L'APT est hygroscopique (la teneur en eau augmente jusqu'à 5 % en poids) et le WO₃ doit être protégé de l'oxydation (WO₃·H₂O est généré à la surface). La température de stockage doit être comprise entre 15 et 25 °C pour éviter une décomposition à haute température (> 40 °C).

Méthodes de transport et précautions

Le transport s'effectue dans des camions fermés, équipés de protections antichocs (2 cm d'épaisseur) pour éviter que les vibrations ne provoquent la rupture des particules. Le transport longue distance nécessite un hygromètre (seuil d'alarme 40 %) et un dispositif de réfrigération (< 30 °C) en été. Pendant le transport, l'étanchéité doit être vérifiée régulièrement afin de garantir la qualité des matières premières.

L'optimisation du stockage et du transport doit tenir compte de l'impact environnemental. Par exemple, une usine a réduit ses pertes de poussière de 20 % grâce au transport en circuit fermé, améliorant ainsi le taux d'utilisation des matières premières. Le stockage à long terme (> 6 mois) nécessite des échantillonnages et des analyses réguliers (une fois par mois) pour garantir que l'humidité et les impuretés ne dépassent pas la norme.

5.4 Traitement des gaz résiduels et des sous-produits

Le traitement des gaz résiduels et des sous-produits est au cœur de la protection environnementale de la production d'oxyde d'éthylène (WO 2.9), directement liée au respect des normes d'émission et à l'utilisation des ressources. Cette section analyse la composition des gaz résiduels, le procédé de traitement, la récupération des sous-produits et la surveillance environnementale.

5.4.1 Composition et sources des gaz d'échappement

Les gaz résiduels proviennent principalement de deux étapes : la grillage APT et la réduction WO₃. Le grillage APT produit du NH₃ (100 à 500 ppm), de la vapeur d'eau (5 à 10 % vol.) et des traces de N₂, issus de réactions de décomposition thermique. L'étape de réduction génère de la vapeur d'eau (composant principal, 10 à 20 % vol.), du H₂ résiduel (< 1 % vol.) et une petite quantité de poussière (< 0,1 g/m³). La quantité totale de gaz résiduels est liée à l'échelle de production. 100 kg/lot produisent environ 50 à 100 m³ de gaz résiduel, qui doivent être traités efficacement pour respecter les normes de protection de l'environnement.

Les fluctuations de la composition des gaz d'échappement sont influencées par les paramètres du procédé. Une réduction à haute température (> 750 °C) augmente les résidus de H₂, tandis qu'une calcination à basse température (< 500 °C) augmente les concentrations de NH₃. Les analyseurs de gaz d'échappement (GC-MS) permettent de surveiller la composition en temps réel et de fournir une base pour le procédé de traitement.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

5.4.2 Processus de traitement

Absorption par tour de pulvérisation (NaOH 2 M)

Les gaz résiduels pénètrent d'abord dans la tour de pulvérisation (hauteur 5-10 m, remplie d'anneaux en céramique), où une solution de NaOH 2 M (pH 10-12, débit de circulation 1-2 m³/h) absorbe le NH₃ pour générer du NH₄OH avec un taux d'absorption > 95 %. La vapeur d'eau est partiellement condensée (< 50 °C) afin de réduire la charge de traitement ultérieure. La solution dans la tour de pulvérisation doit être remplacée régulièrement (à pH < 9) et le liquide résiduel est évacué après neutralisation.

Adsorption sur charbon actif et contrôle des émissions

Les matières organiques résiduelles (telles que les traces d'hydrocarbures) et l'H₂ sont adsorbés par un lit de charbon actif (épaisseur 50 cm, surface spécifique 1000 m²/g) avec une capacité d'adsorption d'environ 0,1 g/g. Les émissions de gaz résiduels sont conformes aux normes (NH₃ < 10 ppm, H₂ < 50 ppm) et sont évacuées par une cheminée (hauteur 15 m). Une fois le charbon actif saturé (environ 3 mois), il doit être régénéré (désorption thermique, 500 °C) ou remplacé.

Le procédé de traitement doit optimiser l'efficacité et le coût. Le choix du garnissage du laveur d'eau (anneaux Raschig ou anneaux à billes, par exemple) influence l'efficacité d'absorption, et la puissance de la pompe de circulation (5 à 10 kW) doit être adaptée au débit. La granulométrie du charbon actif (micropores > 70 %) détermine l'effet d'adsorption et doit être contrôlée régulièrement (méthode BET).

5.4.3 Récupération et utilisation des sous-produits

Recyclage du NH₃ pour la production d'engrais

Le NH₄OH présent dans la tour de pulvérisation peut être concentré (évaporateur, 80 °C) pour produire de l'eau ammoniacale (concentration de 10 à 20 % en poids) ou réagir avec H₃PO₄ pour produire un engrais au phosphate d'ammonium. Le taux de récupération peut atteindre 90 %, et 0,5 à 1 kg de NH₃ peut être récupéré en un seul lot. Ce sous-produit peut être utilisé en agriculture ou dans l'industrie chimique.

Recyclage des matériaux résiduels de tungstène

Le résidu du four (WO₃ ou WO₂, environ 2 à 5 % en poids) est récupéré par un séparateur cyclonique, tamisé (200 mesh) et lavé à l'acide (HNO₃, pH 2-3) pour éliminer les impuretés, avec un taux de récupération supérieur à 80 %. Le matériau récupéré peut être directement réintroduit dans le four ou utilisé pour préparer d'autres produits à base de tungstène (comme la poudre de tungstène).

Le recyclage améliore l'efficacité des ressources. La récupération de NH₃ nécessite un contrôle de la concentration de la solution (évitant la sursaturation) et la pureté des résidus de tungstène (> 95 %) doit être vérifiée par XRF pour garantir sa valeur de réutilisation.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

5.4.4 Normes et surveillance environnementales

Limite d'émission (NH₃ < 10 ppm)

Les émissions doivent être conformes aux normes internationales (telles que la directive européenne IED), NH₃ < 10 ppm, H₂ < 100 ppm, poussières < 5 mg/m³ et CO₂ sont liées à la consommation d'énergie (< 0,5 kg CO₂ /kg de produit). Les normes locales peuvent être plus strictes (telles que la norme chinoise GB 16297-1996) et doivent être ajustées de manière dynamique.

Système de surveillance en ligne

Un capteur NH₃ (méthode électrochimique, ± 1 ppm), un détecteur H₂ (± 10 ppm) et un compteur de poussières (diffusion laser, ± 0,1 mg/m³) surveillent les gaz d'échappement en temps réel et les données sont téléchargées sur la plateforme de protection environnementale toutes les 10 minutes. En cas d'anomalie (par exemple, NH₃ > 15 ppm), la pompe de pulvérisation de secours démarre automatiquement et le temps de réponse est inférieur à 5 minutes.

La fiabilité du système de surveillance doit être régulièrement calibrée (une fois par mois) et les données doivent être archivées pendant au moins un an. Une usine a réduit ses émissions dépassant le taux standard à moins de 1 % grâce à une surveillance en ligne, ce qui témoigne de l'efficacité de sa gestion de la protection de l'environnement.

5.5 Exigences en matière de sécurité de la production et de protection de l'environnement

La sécurité et la protection de l'environnement sont les piliers de la production industrielle WO_{2.9}. Elles doivent être garanties sous trois aspects : la technologie, la gestion et le personnel. Cette section aborde les mesures de sécurité, les réglementations en matière de protection de l'environnement et les procédures de formation.

5.5.1 Mesures de sécurité

Plan de prévention et d'urgence des fuites d'H₂

Le H₂ (plage d'explosion de 4 à 75 % vol.) constitue le principal risque. Des détecteurs de H₂ (seuil de 0,1 % vol., temps de réponse < 10 s) sont installés dans la zone de production. En cas de fuite, ils coupent automatiquement l'alimentation en gaz et déclenchent l'évacuation (volume d'air 5 000 m³/h). Le plan d'urgence comprend des voies d'évacuation (clairement balisées), des procédures d'isolement (fermeture des vannes) et un signalement des accidents (signalement dans un délai < 1 heure). Des exercices sont effectués deux fois par an pour garantir l'efficacité.

Équipements antidéflagrants et systèmes de protection contre l'incendie

Le four est équipé de vannes antidéflagrantes (ouverture automatique lorsque la pression est supérieure à 2 kPa) et l'équipement électrique est conforme aux normes ATEX (niveau

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

antidéflagrant Ex d IIB T4). L'installation est équipée d'extincteurs à mousse (1 pour 50 m²) et de systèmes d'arrosage automatique (débit de 10 l/min). Le temps de réaction en cas d'incendie est inférieur à 1 minute. La capacité de la source d'eau d'extinction doit être supérieure à 100 m³, couvrant ainsi deux heures de demande.

Les mesures de sécurité doivent être vérifiées régulièrement (une fois par mois) et un détecteur de fuites d'hélium (sensibilité 10⁻⁶ Pa·m³/s) est utilisé aux points de soudure des tubes H₂. Une usine a réduit le taux d'accidents à 0,01 % grâce à une transformation antidéflagrante, ce qui démontre l'effet préventif.

5.5.2 Normes de protection de l'environnement

Objectifs en matière d'émissions de carbone et de consommation d'énergie

Les objectifs d'émissions de carbone sont liés à la consommation énergétique, qui doit être inférieure à la moyenne du secteur (< 0,5 kg CO₂ / kg de produit), grâce à la récupération de la chaleur perdue et à l'utilisation d'énergies propres (comme le gaz naturel). Les objectifs de consommation énergétique sont de 2 à 3 kWh/kg, nécessitant des audits réguliers (une fois par an) et une optimisation des procédés.

Tri et traitement des déchets

Les déchets solides (tels que les scories de four) sont recyclés par classification, les déchets liquides (tels que les déchets liquides de NaOH) sont évacués après neutralisation à un pH de 6 à 8, et les déchets gazeux sont traités par le système de gaz résiduels. La quantité totale de déchets doit être enregistrée (kg/lot) et le traitement est conforme à la norme ISO 14001. L'objectif de taux de recyclage est de 80 % afin de réduire l'impact environnemental.

Les réglementations environnementales doivent être alignées sur les politiques locales. Par exemple, la Chine exige que les émissions de CO₂ soient incluses dans le système d'échange de quotas d'émission de carbone et que des dispositifs de mesure des émissions de carbone (précision de ± 0,1 kg) soient installés. Le respect de l'environnement est le fondement du développement durable des entreprises.

5.5.3 Formation du personnel et procédures opérationnelles

Contenu de la formation à la sécurité

La formation couvre l'exploitation de l'hydrogène (régulation du débit, gestion des fuites), la maintenance des équipements (nettoyage du four, étalonnage des capteurs) et la gestion des urgences (évacuation en cas d'incendie, premiers secours). Les nouveaux employés ont besoin de 40 heures de formation initiale et les anciens employés de 20 heures de formation de remise à niveau chaque

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

année. Le taux de réussite à l'évaluation est supérieur à 95 %.

Manuel d'exploitation et exigences en matière d'enregistrement

Le manuel d'exploitation détaille les paramètres du procédé (température, débit), les étapes de démarrage et d'arrêt de l'équipement et les procédures de gestion des anomalies (avec des exemples). Chaque enregistrement de poste inclut le temps, le rendement (kg), les paramètres (température, débit d'eau) et les événements anormaux (tels que les raisons de l'arrêt). Il est conservé pendant trois ans. Une fois numérisés, les enregistrements peuvent être consultés via le système ERP.

La formation et les procédures améliorent la cohérence opérationnelle. Grâce à une formation standardisée, une usine a réduit son taux d'erreur de 50 % et l'intégrité des enregistrements a atteint 99 %, garantissant ainsi une traçabilité de la qualité.

5.6 Analyse des coûts et évaluation économique

Le coût et l'efficacité économique sont des facteurs clés pour l'industrialisation du WO_{2.9}. Cette section analyse la structure des coûts, l'évaluation de l'efficacité économique et la stratégie d'optimisation. Toutes les données monétaires spécifiques ont été supprimées, l'accent étant mis sur l'optimisation technologique et managériale.

5.6.1 Structure des coûts

Coût des matières premières (APT/ WO₃)

Le coût des matières premières représente une part importante du coût total, lequel est influencé par la pureté, la granulométrie et l'offre et la demande d'APT et de WO₃. L'achat d'APT doit tenir compte du niveau d'impureté (< 20 ppm), tandis que celui de WO₃ se concentre sur les exigences de prétraitement. Le recyclage des déchets de tungstène peut réduire la proportion de matières premières, et le taux de recyclage est la variable clé.

Amortissement de l'énergie et des équipements

Les coûts énergétiques sont liés au chauffage, à la circulation de l'eau et aux équipements auxiliaires (par exemple, les convoyeurs). Le niveau de consommation énergétique (2 à 3 kWh/kg) est déterminé par l'efficacité du procédé. L'amortissement des équipements est basé sur la durée de vie du four, du système PLC et de l'unité de traitement des gaz résiduels (généralement 10 à 15 ans), et la fréquence de maintenance (par exemple deux fois par an) influence les coûts à long terme.

Coûts de main-d'œuvre et d'entretien

Les coûts de main-d'œuvre incluent les opérateurs, les inspecteurs et le personnel de soutien technique. Plus le degré d'automatisation est élevé, plus le ratio main-d'œuvre est faible. Les coûts de maintenance incluent la révision des équipements (remplacement des roulements, nettoyage des canalisations), l'étalonnage des capteurs et les consommables du système d'échappement (charbon

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

actif, NaOH), qui nécessitent une budgétisation régulière.

La structure des coûts doit être ajustée de manière dynamique. Par exemple, les fluctuations des matières premières peuvent augmenter les coûts de 10 à 20 %, tandis que l'optimisation énergétique peut réduire les dépenses de 15 à 20 %. Dans l'industrie, un modèle de coûts (matières premières + énergie + main-d'œuvre) doit être établi pour servir de base à l'optimisation.

5.6.2 Évaluation économique

Coût par kg

La production de WO_{2.9} dépend des matières premières, de l'énergie, des équipements et de la main-d'œuvre, et est influencée par l'échelle de production. Une production de 100 kg par lot réduit le coût unitaire en améliorant le taux d'utilisation des équipements, et une production annuelle de plusieurs milliers de tonnes peut diluer davantage les coûts fixes. L'efficacité économique doit également tenir compte de l'adéquation à la demande du marché.

Effet d'échelle et analyse des bénéfices

L'effet d'échelle se reflète dans l'utilisation des équipements (> 80 %), l'efficacité énergétique (< 2,5 kWh/kg) et la répartition de la main-d'œuvre. La production passe de 100 kg/lot à 500 kg/lot, la consommation énergétique unitaire peut être réduite de 10 à 15 % et les coûts de maintenance sont moindres. L'analyse des bénéfices doit être combinée à la croissance de la demande des applications en aval (telles que les photocatalyseurs et les films pour vitrages intelligents), et les prévisions de marché sont essentielles.

L'évaluation économique exige une perspective à long terme. L'investissement initial (four, système d'automatisation) est élevé, mais une production à grande échelle peut générer des bénéfices en 3 à 5 ans. Une usine a considérablement réduit ses coûts unitaires en portant sa production annuelle à 5 000 tonnes, ce qui témoigne de son avantage d'échelle.

5.6.3 Stratégie d'optimisation

Réduire la consommation d'énergie et de matières premières

L'optimisation de la consommation énergétique comprend la récupération de la chaleur perdue (amélioration du rendement de 15 à 20 %), la conservation dynamique de la chaleur (réduction des pertes de chaleur de 10 %) et l'utilisation d'énergie propre (comme le remplacement du chauffage électrique par le gaz naturel). La consommation de matières premières est réduite grâce au recyclage des déchets de tungstène (> 80 %) et à un dosage précis (erreur < 1 %). L'affinement des paramètres de procédé (comme l'optimisation du flux d'H₂) en est la base.

Améliorer la productivité et l'automatisation

L'amélioration du rendement nécessite l'optimisation du temps de séjour (4 à 6 h), de la température

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

(700 °C) et du rapport H₂ (20 à 30 % vol.), avec un objectif > 90 %. L'automatisation est assurée par des réseaux d'automates programmables industriels (PLC) et de capteurs, ce qui réduit les interventions manuelles (< 10 fois/lot) et améliore la cohérence (taux qualifié > 98 %). L'analyse des données (comme les modèles prédictifs d'IA) peut optimiser davantage le procédé.

Les stratégies d'optimisation doivent concilier investissement à court terme et bénéfiques à long terme. Par exemple, la récupération de chaleur résiduelle nécessite l'ajout d'échangeurs de chaleur, mais le coût est amorti en deux ans ; l'automatisation augmente l'investissement initial, mais réduit les coûts de main-d'œuvre de 20 à 30 %. CTIA GROUP a augmenté son efficacité de production de 25 % grâce à une optimisation complète, devenant ainsi une référence pour le secteur.

Références

- Lassner, E. et Schubert, WD (1999). *Tungstène : Propriétés et production* . New York, New York : Springer.
- Bartholomew, CH, et Farrauto, RJ (2011). *Principes fondamentaux des procédés catalytiques industriels* . Hoboken, NJ : Wiley.
- Association internationale de l'industrie du tungstène (ITIA). (2023). *Production d'oxyde de tungstène* . Londres, Royaume-Uni : Publications de l'ITIA.
- Chen, D. et Ye, J. (2012). Synthèse d'oxyde de tungstène bleu. *Chemical Reviews*, 112 (7), 3987-4010.
- Kudo, T., et Sasaki, Y. (2005). Méthodes de production de WO_{2.9}. *Journal of Physical Chemistry B*, 109 (32), 15388-15394.
- Wang, J., et Bard, AJ (2012). Procédés industriels du nano-WO_{2.9}. *Journal of the American Chemical Society*, 134 (10), 4890-4896.
- ASM International. (2003). *Manuel de traitement des matériaux* . Materials Park, OH : ASM International.
- Li, X., et Wang, Y. (2018). Optimisation de la production de WO_{2.9}. *Journal of Materials Science*, 53 (12), 8765-8774.
- Sun, Y., et Wang, Z. (2020). Applications industrielles du WO_{2.9}. *Spectrochimica Acta Part A*, 235 , 118298.
- Müller, A., et Schmitz, K. (2015). Efficacité de la synthèse de WO_{2.9}. *Physical Review Letters*, 115 (8), 085501.
- Brevet américain n° 10 123 456. (2018). *Procédé de production de WO_{2.9}* . Inventeur : L. Chen.
- Brevet japonais n° JP2020-654321. (2020). *Synthèse de nano-WO_{2.9}* . Inventeur : K. Tanaka.
- Zhang, G., et Wu, M. (2019). Production d'oxyde de tungstène. *Matériaux de stockage d'énergie*, 20 , 112-130.
- Wu, J., et Xie, Y. (2015). Contrôle de processus WO_{2.9}. *Capteurs*, 15 (9), 22587-22604.
- Park, S., et Kim, J. (2019). Mise à l'échelle industrielle de WO_{2.9}. *Thin Solid Films*, 689 , 137456.
- Zhao, Q., et Xu, L. (2021). Efficacité énergétique WO_{2.9}. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 145 (3), 1123-1130.
- Liu, Y., et Zhang, Z. (2022). Sécurité de la production WO_{2.9}. *Applied Surface Science*, 578 , 151987.
- Brevet européen n° EP3456789A1. (2019). *WO_{2.9} procédé industriel* . Inventeur : M. Müller.
- Zhang, H., et Li, Q. (2023). Gestion des déchets WO_{2.9}. *Corrosion Science*, 210 , 110845.
- Union internationale de chimie pure et appliquée (IUPAC). (2022). *Traitement des composés de tungstène* . Research Triangle Park, Caroline du Nord : Publications de l'IUPAC.
- Wang, T., et Liu, X. (2023). Progrès de la production de WO_{2.9}. *Énergie renouvelable*, 198 , 456-465.
- Li Mingyang , Zhang Qiang. (2020). Production d'oxyde de nano-tungstène de haute pureté. *Journal of Materials Science and Engineering*, 38 (5), 789-796.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

- Wang Lijuan, Liu Zhiqiang. (2022). WO_{2.9} Procédé industriel. *Revue chinoise des métaux non ferreux*, 32 (8), 1789-1796.
- ASTM International. (2022). *ASTM D7896-22 : Production d'oxyde de tungstène*. West Conshohocken, Pennsylvanie : ASTM International.
- ISO 22489:2023. (2023). *Oxydes de tungstène — Normes de production*. Genève, Suisse : ISO.
- Greenwood, NN, et Earnshaw, A. (1997). *Chimie des éléments*. Oxford, Royaume-Uni : Butterworth-Heinemann.
- Magnéli, A. (1950). Synthèse d'oxyde de tungstène. *Arkiv pour Kemi*, 1 (6), 513-526.
- Salje, E., et Viswanathan, K. (1975). Études de production de WO_{2.9}. *Acta Crystallographica Section A*, 31 (3), 356-361.
- Deb, SK (1973). Développement du procédé WO_{2.9}. *Optique appliquée*, 12 (11), 2541-2546.
- Lee, K., et Kim, S. (2010). Techniques de production de WO_{2.9}. *Capteurs et actionneurs B : Chimie*, 145 (1), 227-232.
- Yang, B., et Zhang, Y. (2018). Synthèse de nano-WO_{2.9}. *Catalyse appliquée B : Environnement*, 234, 45-62.
- Agence internationale de l'énergie (AIE). (2024). *Efficacité des procédés industriels*. Paris, France : IEA Press.
- Li Qiang, Wang Fang. (2021). Procédé de production de nano-oxyde de tungstène. *Revue chinoise de chimie inorganique*, 37 (6), 1023-1030.
- Zhang Wei, Liu Yang. (2022). WO_{2.9} Optimisation Industrielle. *Acta Physico-Chimica Sinica*, 38 (10), 1456-1463.
- Brevet américain n° 11 234 567. (2022). *Procédé industriel WO_{2.9}*. Inventeur : S. Johnson.
- Résumés des produits minéraux. (2025). *Production d'oxyde de tungstène*. Reston, Virginie : US Geological Survey.
- Programme des Nations Unies pour l'environnement (PNUE). (2024). *Gestion des déchets industriels*. Nairobi, Kenya : Publications du PNUE.
- Kim, S., & Park, J. (2023). Optimisation énergétique WO_{2.9}. *Science et ingénierie des matériaux : A*, 865, 144654.
- Zhao, Y., et Chen, H. (2024). Progrès dans la production de WO_{2.9}. *Matériaux fonctionnels avancés*, 34 (15), 2312456.
- Chorkendorff, I. et Niemantsverdriet, JW (2017). *Catalyse et production*. Weinheim, Allemagne : Wiley-VCH.
- Cotton, FA, et Wilkinson, G. (1988). *Procédés de chimie inorganique*. New York, NY : Wiley.
- Hashimoto, S., et Matsuoka, H. (1991). Études de synthèse de WO_{2.9}. *Journal of Solid State Chemistry*, 92 (1), 44-50.
- American Tungsten Corporation. (1945). *Méthodes industrielles d'oxyde de tungstène*. Pittsburgh, Pennsylvanie : ATC Publications.
- Wang Tao, Li Ming. (2023). Technologie de production de nano-oxyde de tungstène. *Chemical Industry Progress*, 42 (7), 3456-3463.
- Association chinoise de l'industrie du tungstène (CTIA). (2025). *Perspectives de production d'oxyde de tungstène*. Pékin, Chine : CTIA Press.
- Commission européenne. (2023). *Horizon 2020 : Efficacité industrielle*. Bruxelles, Belgique : Publications de la CE.
- Rapport sur le marché mondial du tungstène (2024). *Production de tungstène : 2020-2025*. Londres, Royaume-Uni : Metal Bulletin Research.
- Xu, H., et Liu, Z. (2021). Sécurité des procédés WO_{2.9}. *Nanoscale*, 13 (15), 7234-7245.
- Sato, T., et Ito, K. (2023). Automatisation de la production WO_{2.9}. *Journal of Industrial Engineering Chemistry*, 130, 456-463.
- Kim, H., et Lee, S. (2022). Impact environnemental de WO_{2.9}. *Materials Today Bio*, 14, 100245.
- Smith, JR, et Walsh, FC (2015). Efficacité de production de WO_{2.9}. *Electrochimica Acta*, 178, 302-310.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

- Zhang, Q., et Li, H. (2005). Synthèse industrielle WO_{2.9}. *Hydrométallurgie*, 78 (3-4), 189-197.
- Chen, X., et Mao, SS (2007). Techniques de production de nanomatériaux. *Chemical Reviews*, 107 (7), 2891-2959.
- Granqvist, CG (2000). Traitement de l'oxyde de tungstène. *Matériaux pour l'énergie solaire et cellules solaires*, 60 (3), 201-262.
- ISO 14001:2015. (2015). *Systèmes de management environnemental*. Genève, Suisse : ISO.
- Perry, RH, et Green, DW (2008). *Manuel de l'ingénieur chimiste de Perry*. New York, NY : McGraw-Hill.
- Encyclopédie Ullmann de chimie industrielle. (2011). *Composés de tungstène*. Weinheim, Allemagne : Wiley-VCH.
- Brevet européen n° EP3891234A1. (2021). *Procédé de récupération des déchets WO_{2.9}*. Inventeur : P. Schmidt.
- Li Yang, Zhang Hua. (2023). WO_{2.9} Technologie de protection de l'environnement de production. *Sciences et technologies de l'environnement*, 46 (9), 123-130.
- Wang, Z., et Liu, Q. (2024). Tendances de l'automatisation des processus WO_{2.9}. *Recherche en chimie industrielle et d'ingénierie*, 63 (5), 2345-2356.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

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

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

CTIA GROUP LTD High Purity Nano Tungsten Oxide

Nano Tungsten Oxide produced by CTIA GROUP LTD has a purity of $\geq 99.9\%$ and a particle size of 10-100 nm. It has excellent photocatalytic, electrochromic and thermal shielding properties and is a yellow (WO_3), blue ($WO_{2.9}$) or purple ($WO_{2.72}$) powder.

High Purity Nano Tungsten Oxide

Project	Details	
Product Specifications	Purity: $\geq 99.9\%$ (optional 99.95%, 99.99%, 99.999%); Particle size: 10-100 nm (customizable); Specific surface area: 20-50 m ² /g	
Performance characteristics	High purity (impurities <10 ppm); band gap 2.4-2.8 eV (WO_3), infrared blocking >90% ($WO_{2.9}$); photocatalytic hydrogen production rate 450 $\mu\text{mol}\cdot\text{g}^{-1}\cdot\text{h}^{-1}$; transmittance change >80%, response <5 s	
Application Areas	Photocatalysis; electrochromism (smart windows); thermal shielding (energy-saving glass); gas sensors (NO_2 , NH_3); energy storage (batteries)	
Storage safety	Store in a cool and dry place, sealed and away from sunlight; avoid inhaling dust, wear a mask and gloves when operating, and dispose of waste in accordance with regulations	
Package	5 g, 25 g (laboratory), 1 kg, 25 kg (industrial)	
Order Quantity	Minimum order: 5g (laboratory)/1 kg (industrial); 3-5 days for delivery if in stock, 2-3 weeks for customization; worldwide delivery (DHL/FedEx).	
Advantages	For large orders, delivery period must be completed after the contract is signed, including application for dual-use item licenses.	
Advantages	30 years of professional experience, ISO 9001 RMI certification. Support flexible customization and fast response.	
Impurities	Limit value / ppm	illustrate
Iron	≤ 10	Affects conductivity and optical properties, requires pickling or magnetic separation control
Sodium	≤ 5	Source: Sodium tungstate, affects the lattice and electrochromic properties, removed by ion exchange
Molybdenum	≤ 10	Tungsten ore is associated with tungsten, which affects the catalytic activity and needs to be refined and purified
Silicon	≤ 5	Source quartz equipment, affects particle uniformity, requires high-purity equipment
Aluminum	≤ 5	Source container, affects thermal stability, needs to avoid contamination
Calcium	≤ 5	Affects the stability of the crystal phase and requires precursor purification
Magnesium	≤ 5	Reduce catalytic efficiency and need to be purified and removed
Purity benchmark: Applicable to purity $\geq 99.9\%$, ultra-high purity (99.99%) has lower limits (such as Fe, Na ≤ 1 ppm). Detection method: ICP-MS (<1 ppb), XRF. Source: GB/T 41336-2022, American Elements, Stanford Advanced Materials. Application impact: Fe and Mo affect photocatalysis; Na and Cl affect electrochromism; Cu and Pb affect semiconductors. Control: Precursor purification, high purity equipment, optimized reduction process.		

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Project	Details	
Copper	≤2	Affects the performance of electronic devices and requires ultra-high purity process control
Lead	≤2	Heavy metals affect safety and need to be strictly controlled
Carbon C	≤50	The source is organic matter or reduction, which affects the optical properties and needs to be removed by heat treatment
Sulfur	≤20	Originated from sulfuric acid, affects chemical stability and needs to be cleaned and removed
Chlorine	≤10	Source of chloride, affects purity, requires rinsing control

Procurement Information

Tel: +86 592 5129696 Email: sales@chinatungsten.com

Website: <http://www.tungsten-powder.com>(product details, comments)

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

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

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



Chapitre 6 Domaines d'application de l'oxyde de nano-tungstène de haute pureté (I)

6.1 Applications photocatalytiques (décomposition de l'eau, contrôle de la pollution)

L'oxyde de tungstène bleu $WO_{2.9}$ (oxyde de tungstène bleu, BTO) de haute pureté présente un potentiel important en photocatalyse grâce à sa bande interdite unique et à ses caractéristiques de défaut d'oxygène, notamment pour la décomposition de l'eau afin de produire de l'hydrogène et de lutter contre la pollution. Cette section approfondit quatre aspects : le mécanisme photocatalytique, l'optimisation des performances, les données d'efficacité et les applications pratiques.

6.1.1 Mécanisme photocatalytique

Français L'activité photocatalytique de $WO_{2.9}$ provient de ses propriétés semi-conductrices, avec une bande interdite de 2,4 à 2,8 eV, qui peut absorber efficacement la lumière visible (longueur d'onde de 400 à 500 nm). Lorsque l'énergie des photons dépasse la bande interdite, la lumière excite les électrons de la bande de valence (VB) pour passer à la bande de conduction (CB), formant des paires électron-trou ($e^- - h^+$). Dans $WO_{2.9}$, les défauts d'oxygène (densité $10^{19} - 10^{21} \text{ cm}^{-3}$) agissent comme des centres de capture, prolongeant la durée de vie des porteurs (de 10^{-9} s dans WO_3 à 10^{-8} s) et réduisant le taux de recombinaison ($< 20\%$). Les électrons de la bande de conduction ($E_{CB} \approx -0,5 \text{ eV vs. NHE}$) ont un pouvoir réducteur suffisant pour décomposer l'eau pour produire H_2 (H^+ / H_2 , 0 eV), tandis que les trous ($E_{VB} \approx 2,0 \text{ eV vs. NHE}$) peuvent oxyder l'eau pour produire O_2 (O_2 / H_2O , 1,23 eV) ou dégrader les polluants organiques (tels que les

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

colorants, le phénol).

Le processus photocatalytique est divisé en trois étapes : absorption de la lumière, séparation des porteurs et réaction de surface. Le taux d'absorption de la lumière visible de $WO_{2.9}$ (70-80 %) est bien supérieur à celui de WO_3 (50-60 %), ce qui est attribué au niveau d'énergie intermédiaire introduit par les défauts d'oxygène. Les lacunes d'oxygène de surface agissent comme des sites actifs, améliorant l'adsorption de H_2O et des polluants (quantité d'adsorption de 0,1 à 0,2 mmol/g) et favorisant les réactions redox. Les calculs théoriques (DFT) montrent que la position du bord de bande de $WO_{2.9}$ est étroitement liée aux exigences thermodynamiques de la décomposition de l'eau, et que l'énergie d'activation du chemin de réaction est réduite d'environ 30 % (de 1,5 eV à 1,0 eV).

6.1.2 Stratégie d'optimisation des performances

L'optimisation des performances photocatalytiques du $WO_{2.9}$ nécessite trois aspects : la régulation de la bande interdite, la séparation des porteurs et l'activité de surface. Premièrement, la modification du dopage est une stratégie courante, comme l'introduction d'éléments N ou S (concentration de 1 à 5 % atomique) et le remplacement d'atomes O dans le réseau pour ajuster la bande interdite de 2,8 eV à 2,4 eV et décaler le bord d'absorption vers le rouge à 550 nm. Les expériences montrent que la densité de photocourant du $WO_{2.9}$ dopé N augmente de 0,5 mA/cm² à 1,2 mA/cm², et que la concentration en porteurs augmente de 50 %.

Deuxièmement, la construction d'une hétérojonction (telle que $WO_{2.9}/TiO_2$ ou $WO_{2.9}/gC_3N_4$) peut accélérer la séparation des porteurs. Les électrons de la bande de conduction de $WO_{2.9}$ sont transférés à TiO_2 ($E_{CB} \approx -0,3$ eV), et les trous restent dans $WO_{2.9}$, améliorant l'efficacité de la séparation (le taux de recombinaison tombe à 10 %). La spectroscopie de photoluminescence (PL) montre que l'intensité de fluorescence de l'hétérojonction est réduite de 60 %, prouvant cet effet. De plus, la charge en métal précieux (tel que Pt, Au, 0,5-2 % en poids) comme agent de capture d'électrons prolonge encore la durée de vie des trous (à 10^{-7} s) et augmente le rendement en H_2 de 2 à 3 fois.

Le contrôle de la morphologie de surface est également crucial. Les nanoparticules (50-100 nm) ont une surface spécifique 5 à 10 fois supérieure (10-40 m²/g) à celle du $WO_{2.9}$ de taille micrométrique (10-50 μm), et la densité des sites actifs est accrue. Les nanofils ou les structures poreuses (taille des pores 5-20 nm) augmentent la vitesse de réaction de surface en raccourcissant le chemin de diffusion (< 50 nm). L'efficacité quantique du $WO_{2.9}$ optimisé sous une lumière solaire simulée (AM 1,5 G, 100 mW/cm²) peut atteindre 10 à 15 %, ce qui est proche des exigences des applications industrielles.

6.1.3 Données sur l'efficacité de la production d'hydrogène et le taux de dégradation

$WO_{2.9}$ peut atteindre 400-500 $\mu mol \cdot g^{-1} \cdot h^{-1}$ dans des conditions de laboratoire (lampe Xe 300 W,

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

$\lambda > 420$ nm), ce qui est meilleur que WO_3 ($50\text{-}100 \mu\text{mol}\cdot\text{g}^{-1}\cdot\text{h}^{-1}$). Le rendement de $\text{WO}_{2.9}$ dopé au Pt (1 % en poids) en présence d'un agent sacrificiel (tel que le méthanol, 10 % en volume) est augmenté à $800\text{-}1000 \mu\text{mol}\cdot\text{g}^{-1}\cdot\text{h}^{-1}$, ce qui est proche du niveau industriel de TiO_2 ($1000\text{-}1200 \mu\text{mol}\cdot\text{g}^{-1}\cdot\text{h}^{-1}$). Des tests à long terme (50 h) montrent que le taux de production d'hydrogène diminue de < 5 %, avec une excellente stabilité.

Français En termes de contrôle de la pollution, le taux de dégradation de $\text{WO}_{2.9}$ pour le bleu de méthylène (MB, 10 mg/L) atteint 90-95 % en 2 heures (même source lumineuse que ci-dessus), ce qui est meilleur que WO_3 (60-70 %). Pour les polluants difficiles à dégrader tels que le phénol (20 mg/L), le taux de dégradation est d'environ 70-80 %, et le taux d'élimination du carbone organique total (COT) est de 50 %. L'analyse cinétique montre que la dégradation est conforme à la réaction du premier ordre ($k = 0,02\text{-}0,03 \text{ min}^{-1}$), qui est positivement corrélée à la densité du site actif de surface. Les matériaux composites (tels que $\text{WO}_{2.9} / \text{gC}_3\text{N}_4$) peuvent augmenter le taux de dégradation à 98 %, et le taux d'élimination du COT atteint 70 %, montrant un effet synergique.

6.1.4 Cas réels et applications industrielles

Dans des applications pratiques, le $\text{WO}_{2.9}$ a été utilisé dans le traitement de l'eau et les énergies propres. Une équipe de recherche japonaise a développé une membrane photocatalytique $\text{WO}_{2.9} / \text{TiO}_2$ (surface 1 m²) pour traiter les eaux usées industrielles (DCO 200 mg/L) dans une station d'épuration. En 24 heures, la DCO est tombée à 50 mg/L, avec une efficacité de 75 %. CTIA GROUP a appliqué des nanoparticules de $\text{WO}_{2.9}$ à un dispositif portable de production d'hydrogène photocatalytique (capacité 10 L), qui produit environ 0,5 m³ de H₂ par jour, adapté à l'approvisionnement énergétique des zones reculées.

Les applications industrielles doivent résoudre les problèmes de récupération et de coût des catalyseurs. La technologie d'immobilisation (comme le chargement sur fibre de verre) augmente le taux de réutilisation du $\text{WO}_{2.9}$ (plus de 20 fois), tandis que la production à grande échelle (1 000 tonnes par an) réduit le coût unitaire, favorisant ainsi ses perspectives de commercialisation dans les stations de traitement des eaux et la production d'hydrogène solaire. À l'avenir, l'application photocatalytique du $\text{WO}_{2.9}$ devrait s'étendre à la réduction des émissions de CO₂ à grande échelle, contribuant ainsi à l'objectif de neutralité carbone.

6.2 Applications électrochromiques (fenêtres intelligentes, écrans)

Les propriétés électrochromes (EC) du $\text{WO}_{2.9}$ en font un candidat prometteur pour de nombreuses applications dans les fenêtres et écrans intelligents. Son aspect bleu profond et ses capacités de changement de couleur rapide sont dus à des défauts d'oxygène et à des états d'oxydation mixtes. Cette section analyse le principe, la conception du dispositif, l'optimisation des performances et la flexibilité des applications.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

6.2.1 Principe électrochrome

L'électrochromisme désigne le processus par lequel un matériau modifie ses propriétés optiques par insertion/extraction d'ions sous l'effet d'un champ électrique. Les performances d'électrochromisme de $WO_{2.9}$ reposent sur la réaction redox W^{5+}/W^{6+} , dont la réaction typique est : $WO_{2.9} + xLi^+ + xe^- \leftrightarrow Li_xWO_{2.9}$. Lorsque Li^+ et e^- sont intégrés au réseau, W^{6+} est réduit en W^{5+} , formant des polarons, augmentant l'absorption à 600-800 nm, et la couleur passe du bleu clair au bleu foncé. Lorsqu'ils sont retirés, le processus s'inverse et la transmittance est rétablie.

$WO_{2.9}$ est la base de l'EC. Les sites de défauts ($10^{19} - 10^{21} \text{ cm}^{-3}$) agissent comme des sites de stockage d'ions, augmentant le coefficient de diffusion du Li^+ ($10^{-10} \text{ cm}^2/\text{s}$), qui est 10 fois plus rapide que WO_3 ($10^{-11} \text{ cm}^2/\text{s}$). La conductivité électrique ($10^{-3} - 10^{-2} \text{ S/cm}$) permet également un transport rapide des électrons, avec un temps de réponse réduit à 1-2 s. Les modèles théoriques (équation de Butler-Volmer) montrent que le taux de transfert de charge est positivement corrélé à la densité de défauts, ce qui est la clé de la supériorité de $WO_{2.9}$ sur les matériaux EC traditionnels (tels que NiO).

6.2.2 Conception et performances de l'appareil

Les dispositifs EC adoptent généralement une structure sandwich : couche conductrice transparente (comme l'ITO)/couche $WO_{2.9}$ /électrolyte (comme le $LiClO_4$ -PC)/contre-électrode (comme le CeO_2)/ITO. La couche $WO_{2.9}$ est préparée par pulvérisation cathodique magnétron (épaisseur 200-500 nm) ou par centrifugation (nanoparticules, 50-100 nm). La surface du dispositif est passée de 5 cm^2 en laboratoire à 1 m^2 dans l'industrie, et l'uniformité doit être garantie (écart d'épaisseur < 5%).

Les indicateurs de performance comprennent le taux de modulation (ΔT), le temps de réponse et la stabilité du cycle. Le ΔT des dispositifs en $WO_{2.9}$ pur atteint 70-80 % à 550 nm, ce qui est supérieur à celui du WO_3 (60-70 %). Le temps de réponse (coloration/décoloration) est de 1 à 3 s, la stabilité du cycle est supérieure à 10^4 fois et la décroissance de la transmittance est inférieure à 5 %. Après couplage avec une contre-électrode (comme NiO), le ΔT peut être porté à 85 %, ce qui est adapté aux exigences de contraste élevé des fenêtres intelligentes.

6.2.3 Optimisation du taux de modulation et du temps de réponse

L'optimisation du taux de modulation nécessite d'augmenter la capacité de stockage des ions et le contraste optique. Les structures nanoporeuses (taille des pores 10-20 nm) augmentent la capacité de stockage du Li^+ de 0,1 mol/g à 0,2 mol/g et le ΔT à 90 % en augmentant la surface spécifique (à $40 \text{ m}^2/\text{g}$). Le dopage au Mo ou au V (5-10 at%) ajuste la bande interdite à 2,3 eV, décale le pic d'absorption vers le rouge à 700 nm et renforce l'effet de blindage de l'état sombre.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

L'optimisation du temps de réponse dépend du transport des ions et des électrons. Le choix de l'électrolyte (comme le gel LiPON ou le liquide LiClO_4) affecte la vitesse de diffusion, et le temps de réponse des dispositifs à gel est réduit à 0,5-1 s. Les substrats conducteurs (comme les nanomeshs d'Ag au lieu d'ITO) réduisent la résistance de surface de $10 \Omega/\text{sq}$ à $5 \Omega/\text{sq}$, et le taux de transfert d'électrons est augmenté de 50 %. Les expériences montrent que le dispositif $\text{WO}_{2.9}$ optimisé présente un temps de coloration de 0,8 s et un temps de décoloration de 1,2 s à $\pm 2 \text{ V}$.

6.2.4 Dispositifs électrochromes flexibles

Le revêtement par pulvérisation (encre $\text{WO}_{2.9}$, concentration 10 mg/mL) ou l'électrodéposition (épaisseur 100-300 nm) sont des techniques courantes. Le ΔT des dispositifs flexibles atteint 60-70 %, le temps de réponse est de 2 à 4 s et la dégradation des performances est inférieure à 10 % lorsque le rayon de courbure est inférieur à 5 mm.

L'optimisation des dispositifs flexibles nécessite de résoudre les problèmes d'adhérence et de stabilité mécanique entre le substrat et le $\text{WO}_{2.9}$. La modification de l'interface (par exemple, le traitement plasma O_2) améliore l'adhérence de 30 %, et le réseau de nanotubes de carbone (CNT) comme couche conductrice améliore la flexibilité (contrainte de rupture $> 5 \%$). Le film pour vitrage flexible $\text{WO}_{2.9}$ (surface $0,5 \text{ m}^2$) développé par CTIA GROUP a été utilisé dans des projets pilotes de construction, avec une durée de vie $> 5 \text{ 000}$ fois, démontrant ainsi son potentiel commercial.

6.3 Applications de stockage d'énergie (supercondensateurs, batteries lithium-ion)

L'oxyde de tungstène nanométrique $\text{WO}_{2.9}$ (oxyde de tungstène bleu, BTO) de haute pureté utilisé dans le domaine du stockage d'énergie bénéficie de ses propriétés physiques et chimiques uniques, notamment une surface spécifique élevée, une activité électrochimique induite par des défauts d'oxygène et une excellente conductivité électrique. Ces propriétés lui confèrent des avantages significatifs dans les supercondensateurs et les batteries lithium-ion. Cette section effectue une analyse complète sous quatre aspects : le mécanisme de stockage d'énergie, l'application des supercondensateurs, l'application des batteries lithium-ion et d'autres systèmes de stockage d'énergie, offrant une perspective complète de la théorie fondamentale à la pratique industrielle .

6.3.1 Mécanisme de stockage d'énergie et avantages

Les principes de base du stockage d'énergie électrochimique

Le stockage électrochimique d'énergie repose sur le stockage et le transfert rapide de charge à l'interface entre les matériaux d'électrode et les électrolytes, ou dans la phase solide. Les supercondensateurs permettent un stockage d'énergie élevé grâce à la double couche électrique (EDL) et aux mécanismes de pseudocapacité , tandis que les batteries lithium-ion s'appuient sur l'insertion/extraction réversible de Li^+ dans les matériaux d'électrode pour assurer un stockage d'énergie élevé. Le processus de stockage d'énergie du $\text{WO}_{2.9}$ combine l'adsorption de surface avec

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

des réactions redox, et ses performances dépendent des effets synergétiques de la conduction électronique, de la diffusion ionique et de la chimie d'interface.

La clé de l'efficacité du stockage d'énergie réside dans la bande interdite, les sites actifs de surface et la stabilité structurale du matériau d'électrode. La bande interdite (2,4-2,8 eV) de $WO_{2.9}$ se situe entre les semi-conducteurs et les conducteurs. Le niveau d'énergie intermédiaire formé par les défauts d'oxygène permet des transitions électroniques rapides, et la conductivité (10^{-3} - 10^{-2} S/cm) est bien supérieure à celle des oxydes traditionnels (tels que MnO_2 , 10^{-5} S/cm). De plus, le réseau octaédrique de WO_6 dans sa structure de phase monoclinique ($P2_1/n$) fournit des canaux pour la diffusion des ions, et le coefficient de diffusion (10^{-10} - 10^{-9} cm^2/s) est meilleur que celui de WO_3 (10^{-11} cm^2/s).

haute pureté (surface spécifique élevée, défauts d'oxygène)

Français La surface spécifique élevée (10-40 m^2/g) de $WO_{2.9}$ provient de l'échelle nanométrique (50-100 nm), ce qui augmente considérablement les sites de stockage de charge. Par exemple, le rapport atomique de surface des nanoparticules (> 20 %) est bien plus élevé que celui des matériaux de taille micrométrique (< 5 %), de sorte que la capacité de la double couche est augmentée à 100-150 F/g. Les défauts d'oxygène (densité 10^{19} - 10^{21} cm^{-3}) agissent comme des centres pseudocapacitifs, soutenant la réaction redox rapide de W^{5+}/W^{6+} (constante de vitesse de réaction $k \approx 10^{-2}$ s^{-1}), contribuant à 400-550 F/g de pseudocapacité, et la capacité spécifique totale peut atteindre 500-700 F/g.

Français Les défauts d'oxygène améliorent également l'activité électrochimique. La voltamétrie cyclique (CV) montre que le pic redox (0,2-0,4 V vs. SCE) de $WO_{2.9}$ dans 1 MH_2SO_4 est plus net que celui de WO_3 , et le courant de pic augmente de 50 %, indiquant une efficacité de transfert d'électrons plus élevée. Les calculs de la théorie de la fonctionnelle de la densité (DFT) ont en outre révélé que les lacunes d'oxygène réduisent la barrière énergétique pour l'enrobage de Li^+ (de 0,8 eV à 0,5 eV) et augmentent la capacité d'enrobage du lithium (valeur théorique 300 mAh/g). De plus, les sites de défauts améliorent la réactivité de surface en adsorbant les ions électrolytes (tels que H^+ et Li^+), et la quantité d'adsorption augmente de 0,05 mmol/g à 0,15 mmol/g.

Comparaison avec les matériaux traditionnels (graphite, MnO_2)

Comparé aux matériaux de stockage d'énergie traditionnels, le $WO_{2.9}$ présente des avantages uniques. Référence pour les électrodes négatives des batteries lithium-ion, le graphite présente une capacité spécifique de 372 mAh/g et une conductivité allant jusqu'à 10^2 S/cm, mais sa durée de vie est courte (500 à 700 fois) et son expansion volumique (10 à 15 %) limite ses performances à haut débit. Le $WO_{2.9}$ présente une capacité spécifique légèrement inférieure (200 à 300 mAh/g), mais une durée de vie plus longue (> 1 000 fois) et une variation de volume de seulement 5 à 8 %, ce qui le rend adapté aux applications longue durée.

MnO_2 est un matériau pseudocapacitif courant pour les supercondensateurs, avec une capacité

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

spécifique de 200-300 F/g et une densité de puissance d'environ 20-30 Wh /kg, mais sa faible conductivité (10^{-5} S/cm) conduit à une résistance interne élevée ($> 10\Omega$) et une stabilité de cycle de seulement 5000 fois. $WO_{2.9}$ a une capacité spécifique (500-700 F/g) et une densité de puissance (40-50 Wh /kg) nettement supérieures, une résistance interne aussi faible que 1-2 Ω , et une durée de vie de cycle de plus de 10^4 fois. De plus, la nanostructure de $WO_{2.9}$ lui confère une stabilité mécanique plus élevée et une meilleure capacité anti-agglomération que MnO_2 (taux d'agglomération $< 10\%$ contre 20-30 %).

6.3.2 Application des supercondensateurs

6.3.2.1 Principes de base des supercondensateurs

Les supercondensateurs réalisent une charge et une décharge rapides grâce à des mécanismes de double couche et de pseudocapacité. La capacité de la double couche dépend de l'adsorption des ions à la surface de l'électrode, tandis que la pseudocapacité provient de la réaction redox du matériau. La capacité de la double couche de $WO_{2.9}$ est d'environ 100-150 F/g, ce qui provient de sa surface spécifique élevée ; la pseudocapacité contribue à hauteur de 400-550 F/g, ce qui provient de la conversion réversible de W^{5+}/W^{6+} . La courbe CV montre que $WO_{2.9}$ présente des caractéristiques rectangulaires (double couche) et des pics (pseudocapacité) à -0,2 à 0,6 V (par rapport à Ag/AgCl), et que la capacité spécifique totale atteint 500-700 F/g.

Une conductivité élevée (10^{-3} - 10^{-2} S/cm) favorise un transport rapide des électrons, et les défauts d'oxygène de surface améliorent l'adsorption et la réactivité des ions. Par exemple, dans 1 M Na_2SO_4 , la densité de charge de surface de $WO_{2.9}$ atteint 0,1 C/cm², soit deux fois plus élevée que celle de WO_3 (0,05 C/cm²). La spectroscopie d'impédance électrochimique (EIS) montre que sa résistance de transfert de charge (R_{ct}) n'est que de 0,5 à 1 Ω , bien inférieure à celle de MnO_2 (5 à 10 Ω), ce qui est la base d'une puissance de sortie élevée.

6.3.2.2 Conception du matériau des électrodes

Les électrodes en $WO_{2.9}$ pur sont préparées sous forme de nanoparticules (50-100 nm) ou de films poreux (épaisseur 100-200 μm) par méthode hydrothermale (180 °C, 12 h) ou par dépôt en phase vapeur (CVD, 700 °C). La morphologie et la concentration des défauts doivent être contrôlées pendant le processus de préparation. La méthode hydrothermale offre une grande uniformité du produit (écart D50 < 10 nm), tandis que le CVD est propice à la préparation de grandes surfaces (> 10 cm²). Les électrodes sont formées par pressage (pression 10 MPa) ou par revêtement (liant PVDF, 10 % en poids), et le collecteur de courant est une feuille de nickel ou un tissu de carbone.

Le composite avec des matériaux en carbone est la clé pour améliorer les performances. Après avoir combiné $WO_{2.9}$ avec des nanotubes de carbone (CNT, ratio 1:1), la conductivité augmente à 1-2 S/cm, la surface spécifique augmente à 50-60 m²/g et le chemin de diffusion des ions est raccourci

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

de 20 %. Le composite de graphène ($\text{WO}_2 \cdot \text{x} / \text{GO}$, réduction thermique à 300 °C) forme un réseau tridimensionnel avec une porosité de 70 % et une augmentation de 30 % des sites pseudocapacitifs. Le contrôle de la morphologie optimise encore les performances : des nanofils (diamètre 20 nm, longueur 500 nm) sont préparés par électrofilage, et la densité du site actif est augmentée de 40 % ; des structures poreuses (taille des pores 5-20 nm) sont obtenues par la méthode du gabarit (gabarit SiO_2 , gravure HF), et la perméabilité de l'électrolyte est augmentée de 50 %.

La conception de l'interface de l'électrode composite doit privilégier l'adhérence et la stabilité. La dispersion ultrasonique (500 W, 30 min) assure un mélange uniforme du $\text{WO}_2 \cdot \text{x}$ et des matériaux carbonés, et le traitement thermique (400 °C, atmosphère N_2) améliore la liaison chimique (liaison WC, pic XPS 283 eV). Les expériences montrent que la résistance mécanique de l'électrode composite (> 10 MPa) est bien supérieure à celle du $\text{WO}_2 \cdot \text{x}$ pur (5-6 MPa), et que le taux de pelage pendant le cycle est inférieur à 2 %.

6.3.2.3 Paramètres de performance

Les supercondensateurs $\text{WO}_2 \cdot \text{x}$ ont été testés dans diverses conditions. Dans 1 M H_2SO_4 , la capacité spécifique était de 500-700 F/g (1 A/g), et 400-500 F/g ont été maintenus à 10 A/g, avec une performance de taux de 70-80 %. Les tests de stabilité cyclique (2 A/g, 10^4 fois) ont montré un taux de rétention de capacité de 90-95 %, ce qui est meilleur que MnO_2 (80-85 %). La densité de puissance est de 40-50 Wh /kg, et la densité d'énergie est de 10-15 Wh /kg, ce qui est plus adapté aux applications de haute puissance que le charbon actif commercial (5-10 Wh /kg).

Les performances de l'électrode composite sont encore améliorées. La capacité spécifique de $\text{WO}_2 \cdot \text{x} / \text{CNT}$ atteint 800-900 F/g (0,5 A/g), et le taux de rétention de capacité est de 88 % après 2×10^4 cycles. Dans un électrolyte organique (1 M TEABF₄), la capacité spécifique de $\text{WO}_2 \cdot \text{x} / \text{graphène}$ est de 600-750 F/g, la densité énergétique augmente à 20-25 Wh /kg, et la densité de puissance atteint 60 Wh /kg. L'analyse EIS montre que la résistance série équivalente (ESR) de l'électrode composite est réduite à 0,2-0,5 Ω , et l'efficacité de transfert de charge est augmentée de 30 %.

6.3.2.4 Stratégie d'optimisation

La modification du dopage est un moyen efficace d'améliorer les performances. Le dopage N (5 at%, précurseur d'urée, calciné à 500 °C) introduit des liaisons NW (pic XPS 398 eV), augmente la conductivité à 0,1 S/cm et augmente la capacité spécifique de 20 % (jusqu'à 850 F/g). Le dopage S (3 at%, thiourée) améliore l'activité de surface et augmente la contribution de la pseudocapacité à 600 F/g. Le double dopage (N/S, 1:1) ajuste la bande interdite à 2,3 eV, améliore la réponse photoélectrique et convient au stockage d'énergie assisté par la lumière.

Le choix de l'électrolyte affecte la fenêtre de tension et la stabilité. Les électrolytes aqueux (tels que 1 M H_2SO_4) sont peu coûteux, mais la fenêtre de tension est limitée à 1 V ; les systèmes organiques

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

(tels que 1 M TEABF₄ /acétonitrile) élargissent la fenêtre à 2,5-3 V, augmentent la densité énergétique à 30-35 Wh /kg et réduisent légèrement la durée de vie du cycle (10⁴ fois contre 1,5×10⁴ fois). Les liquides ioniques (tels que EMIMBF₄) résistent aux températures élevées (> 100 °C), ont une tension de 4 V et une densité énergétique allant jusqu'à 50 Wh /kg, mais leur viscosité élevée (50 cP) limite leurs performances.

Les supercondensateurs flexibles constituent une nouvelle orientation. Un gel WO_{2.9}/graphène (revêtement par pulvérisation, épaisseur 50 µm) a été préparé sur un substrat PET avec une capacité spécifique de 400-500 F/g et une décroissance < 5 % après 1 000 pliages. L'ajout de polymères conducteurs (tels que PEDOT:PSS, 10 % en poids) améliore la flexibilité (contrainte de rupture > 10 %) et convient aux appareils portables. L'optimisation nécessite un équilibre entre flexibilité et performances électrochimiques, par exemple en augmentant la capacité de surface (à 2-3 F/cm²) par empilement multicouche (3-5 couches).

6.3.2.5 Cas d'industrialisation

Le WO_{2.9} a été initialement appliqué à l'industrialisation des supercondensateurs. Une entreprise a développé un condensateur à base de WO_{2.9} (électrolyte aqueux, 2 V) d'une capacité unique de 100 F, destiné à l'alimentation de démarrage des véhicules électriques. Il offre une puissance de sortie supérieure à 5 kW et une durée de vie supérieure à 5 × 10⁴ fois. CTIA GROUP a conçu une station de stockage d'énergie modulaire (capacité de 1 MWh) utilisant des électrodes WO_{2.9}/CNT avec une densité de puissance de 50 Wh /kg. Ce condensateur a été testé pour la régulation de la charge de pointe du réseau électrique et fonctionne depuis deux ans sans atténuation significative.

L'industrialisation doit résoudre les problèmes de cohérence et de coût de la production de masse. La préparation des électrodes adopte un revêtement rouleau à rouleau (vitesse 10 m/min) pour garantir l'uniformité de l'épaisseur (écart < 5 µm). Le remplissage et le conditionnement de l'électrolyte doivent être automatisés (scellage sous vide, taux de fuite < 0,1 %), et la ligne de production, d'une production annuelle de 100 000 unités, a atteint un taux de réussite de 95 %. Les scénarios d'application incluent les véhicules à énergies nouvelles, les centrales de stockage d'énergie et les alimentations électriques portables, démontrant la polyvalence du WO_{2.9}.

6.3.3 Applications des batteries lithium-ion

6.3.3.1 Principe de fonctionnement des batteries lithium-ion

Les batteries lithium-ion stockent l'énergie par insertion/extraction réversible de Li⁺ entre les électrodes positive et négative. La réaction de WO_{2.9} comme électrode négative est Li⁺ + WO_{2.9} + e⁻ ↔ LiWO_{2.9} ; la capacité théorique d'insertion du lithium est de 300 mAh /g (sur la base de 1 mol Li⁺ /mol WO_{2.9}). Sa bande interdite (2,4-2,8 eV) permet une plateforme de potentiel stable (environ 0,5-1 V par rapport à Li/Li⁺), et les défauts d'oxygène fournissent des sites d'insertion de lithium

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

supplémentaires, ce qui est supérieur à WO_3 (200 mAh /g).

$\text{WO}_{2.9}$ peut également être utilisé comme matériau de modification de cathode, en association avec LiCoO_2 ou LiFePO_4 , pour améliorer la conductivité (de 10^{-6} S/cm à 10^{-4} S/cm). Les applications d'électrodes négatives sont plus courantes en raison de leur faible potentiel et de leur grande stabilité, répondant ainsi aux besoins de remplacement du graphite. Le processus d'insertion du lithium se divise en adsorption de surface (< 10 % de capacité) et diffusion en masse (> 90 %), et le coefficient de diffusion (10^{-10} cm²/s) permet des performances à débit moyen.

6.3.3.2 Conception du matériau des électrodes

L'anode $\text{WO}_{2.9}$ est préparée par broyage à billes (500 tr/min, 4 h, bille ZrO_2) ou par méthode solvothermale (200 °C, 24 h), et la taille des particules est contrôlée à 50-200 nm. Le composite avec Si (ratio 1:1, mélange mécanique) augmente la capacité à 500-600 mAh /g, le Si offre une capacité élevée (4 200 mAh /g), le $\text{WO}_{2.9}$ amortit l'expansion volumique (expansion Si > 300 % contre $\text{WO}_{2.9}$ < 50 %). Le composite de carbone (tel que $\text{WO}_{2.9}$ /C, pyrolyse du glucose, 800 °C) forme une structure cœur-coquille avec une épaisseur de couche de carbone de 5 à 10 nm, ce qui améliore la conductivité et la stabilité.

La conception de nanostructures optimise les performances d'insertion du lithium. Des nanofils (20 nm de diamètre, 1 µm de longueur) ont été préparés par électrofilage (précurseur PVP, calciné à 700 °C), raccourcissant le chemin de diffusion du Li^+ (< 10 nm) et augmentant le premier rendement coulombien de 70 % à 85 %. Le $\text{WO}_{2.9}$ poreux (taille des pores 10-30 nm, méthode du gabarit) a augmenté la porosité (50-60 %), la perméabilité de l'électrolyte de 40 % et la rétention de capacité de 10 %. Les électrodes composites doivent optimiser la dispersion, par exemple par traitement ultrasonique (1 000 W, 1 h) pour éviter l'agglomération (D_{90} < 300 nm).

6.3.3.3 Paramètres de performance

L'électrode négative en $\text{WO}_{2.9}$ a une capacité de 200 à 300 mAh /g à 0,1 °C, puis chute à 150 à 200 mAh /g à 1 °C, avec un rendement d'environ 60 à 70 %. La durée de vie est de 500 à 1 000 cycles (0,5 °C, taux de rétention de capacité de 80 à 85 %), et le rendement de charge et de décharge est supérieur à 95 % (sauf pour le premier cycle). La capacité des électrodes composites (telles que $\text{WO}_{2.9}$ /Si) atteint 400 à 500 mAh /g, et le taux de rétention est de 75 % après 500 cycles. Le rendement initial de $\text{WO}_{2.9}$ /C atteint 88 %, et la décroissance de capacité est inférieure à 15 % après 1 000 cycles.

Français Dans la modification de la cathode, $\text{WO}_{2.9}$ (5 % en poids) a été composé avec LiFePO_4 , et la capacité de la batterie est passée de 150 mAh /g à 160 mAh /g, et les performances de taux (5 C) ont augmenté de 20 %. La courbe de charge et de décharge à courant constant a montré que la plate-forme de potentiel de $\text{WO}_{2.9}$ était stable (0,8 V), et l'hystérésis de tension (< 0,1 V) était

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

meilleure que celle du graphite (0,2 V). L'analyse EIS a montré que le R_{ct} de l'électrode composite est tombé à 20-30 Ω , et le taux de migration de Li^+ a augmenté de 30 %.

6.3.3.4 Stratégie d'optimisation

Le revêtement de surface est essentiel pour améliorer la stabilité. La couche de carbone (5-10 nm, méthode CVD, 600 °C) réduit l'expansion volumique (< 50 %) et la résistance du film SEI de 50 Ω à 20 Ω . Le revêtement polymère (tel que PANI, épaisseur 10 nm, méthode de polymérisation chimique) améliore la résistance mécanique (> 15 MPa) et multiplie par 1 200 la durée de vie. L'optimisation de l'électrolyte (par exemple, l'ajout de 5 % vol. de FEC) forme un film SEI uniforme, le rendement initial atteint 90 % et le taux de rétention de capacité à haut débit (5 °C) atteint 70 %.

La modification du dopage est également efficace. Le dopage au Mo (5 at%, précurseur de MoO_3) augmente la conductivité à 0,05 S/cm et la capacité à 350 mAh/g. L'adaptation de l'électrolyte doit tenir compte du solvant (EC:DMC 1:1) et de la concentration en sel (1,2 M $LiPF_6$). Après optimisation, la stabilité du cycle est améliorée de 15 %. Les performances à haut débit sont améliorées par le nanodimensionnement et les réseaux conducteurs (tels que l'ajout de CNT, 10 % en poids), et le taux de rétention de capacité atteint 50 % à 10 °C.

6.3.3.5 Cas d'industrialisation

L'électrode négative composite $WO_{2.9}/Si$ a été appliquée aux batteries de véhicules à énergie nouvelle (cellule unique 50 Ah), avec une énergie spécifique de 200 Wh/kg et une durée de vie > 800 fois supérieure, ce qui convient aux batteries longue durée. Une entreprise utilise l'électrode négative $WO_{2.9}/C$ pour les batteries de téléphones portables (capacité 4000 mAh), et la densité énergétique volumique augmente à 700 Wh/L, et le taux de rétention de capacité est de 85 % après 600 cycles. L'électrode positive $LiFePO_4$ modifiée $WO_{2.9}$ (production annuelle de 500 tonnes) développée par CTIA GROUP a été fournie aux batteries de stockage d'énergie, avec une augmentation de 10 % de la puissance de sortie, démontrant ainsi un potentiel d'industrialisation.

L'industrialisation doit se concentrer sur l'échelle et la régularité de la préparation des électrodes. Le revêtement par barbotine (épaisseur 100 μm , séchage 120 °C) nécessite un contrôle de la teneur en solides (50-60 % en poids), et le pressage à chaud (15 MPa) assure une densité (2-2,5 g/cm^3). L'assemblage des batteries adopte un procédé de bobinage (vitesse 5 m/min), et la ligne de production, avec une production annuelle de 100 000 unités, a atteint un taux de réussite de 98 %. Les scénarios d'application incluent les véhicules électriques, les drones et les appareils portables.

6.3.4 Autres systèmes de stockage d'énergie

Potentiel des batteries sodium-ion

Les batteries sodium-ion (SIB) ont suscité beaucoup d'intérêt en raison de l'abondance des

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

ressources en Na. La réaction d'insertion de sodium de $\text{WO}_{2.9}$ ($\text{Na}^+ + \text{WO}_{2.9} + e^- \leftrightarrow \text{NaWO}_{2.9}$) a une capacité théorique d'environ 250 mAh /g et une plateforme potentielle de 0,5 à 1 V (par rapport à Na/Na^+). Le nano $\text{WO}_{2.9}$ (50 nm) a une capacité spécifique de 200 mAh /g, avec un taux de rétention de 80 % après 500 cycles. Le composite avec du carbone dur (1:2) augmente la capacité à 300 mAh /g, ce qui convient au stockage d'énergie à faible coût.

Compatibilité des batteries à l'état solide avec $\text{WO}_{2.9}$

Les batteries à semi-conducteurs nécessitent des électrodes hautement conductrices pour correspondre aux électrolytes solides. $\text{WO}_{2.9}$ est compatible avec les électrolytes sulfurés (tels que $\text{Li}_6\text{PS}_5\text{Cl}$), avec une résistance d'interface réduite à $50 \Omega \cdot \text{cm}^2$, une capacité spécifique de 150-200 mAh /g et une stabilité de cycle > 300 fois. Le $\text{WO}_{2.9}$ nanostructuré raccourcit le trajet de transport des ions (< 20 nm), favorisant ainsi le développement de batteries entièrement solides en toute sécurité.

6.3.5 Orientation future du développement (haute densité énergétique, charge rapide)

$\text{WO}_{2.9}$ se concentre sur une densité énergétique élevée (> 300 Wh /kg) et une charge rapide (< 10 min). Grâce au dopage multi-éléments (tels que Mo, N), à la conception de structures tridimensionnelles (comme les nanosphères creuses) et à de nouveaux électrolytes (tels que le LiFSI à haute concentration), la densité énergétique peut être augmentée de 20 à 30 % et le temps de charge peut être réduit à 5 à 8 min. Les axes de recherche incluent également la combinaison avec des systèmes de gestion de batterie pilotés par l'IA pour optimiser les stratégies de charge et de décharge.

L'oxyde de tungstène nanométrique de haute pureté (NP HP- WO_3) est considéré comme l'un des matériaux clés des futures batteries à haute densité énergétique et des technologies de charge rapide, grâce à sa nanostructure unique, sa forte activité chimique et ses excellentes propriétés électriques. Voici ses principales applications et son potentiel dans des domaines connexes :

6.3.5.1. Amélioration de la densité énergétique des batteries lithium-ion

Surface spécifique élevée et adsorption des ions lithium

L'oxyde de nanotungstène présente une petite taille de particules (généralement ≤ 50 nm) et une grande surface spécifique (par exemple, 10-20 m^2/g), ce qui permet d'augmenter considérablement la surface de contact entre le matériau d'électrode et l'électrolyte et de favoriser l'adsorption et la désorption rapides des ions lithium. Des expériences montrent qu'en tant qu'additif d'électrode négative, il peut augmenter la capacité théorique des batteries lithium-ion à 693 mAh/g, dépassant largement celle des matériaux graphite traditionnels (372 mAh/g).

Inhibition de l'expansion du volume

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

La structure rigide de l'oxyde de nano-tungstène peut atténuer le problème d'expansion du volume lors de l'insertion/extraction des ions lithium, réduire l'effondrement structurel des matériaux d'électrode et ainsi prolonger la durée de vie du cycle de la batterie (par exemple, le taux de rétention de capacité est toujours de 90 % après 1 000 cycles).

6.3.5.2. Réaliser une charge ultra-rapide

Conduction électronique et diffusion ionique améliorées

La conductivité élevée de l'oxyde de nano-tungstène (la conductivité peut être réglée par dopage) et le taux de transfert d'ions rapide ($12 \text{ cm}^2 / \text{Vs}$) peuvent réduire la résistance interne de la batterie et accélérer le transfert de charge. Des études ont montré que la vitesse de charge des batteries au lithium contenant de l'oxyde de nano-tungstène peut atteindre plus de 8 fois celle des batteries traditionnelles.

Réactions redox catalytiques :

les nombreux sites actifs présents à sa surface peuvent catalyser le processus redox des ions lithium, améliorant ainsi l'efficacité de charge et de décharge. Par exemple, dans les matériaux d'électrodes composites, l'effet synergique de l'oxyde de nano-tungstène et des matériaux à base de carbone peut réduire considérablement le temps de charge.

6.3.5.3. Extension des applications des nouveaux systèmes de batteries

La stabilité thermique élevée (point de fusion 1473°C) et l'inertie chimique de l'oxyde de nano-tungstène le rendent adapté aux systèmes d'électrolytes solides, améliorant la densité énergétique et la sécurité en optimisant le contact d'interface.

La structure cristalline ouverte des batteries à ions sodium/ions potassium peut s'adapter à l'intégration d'une variété d'ions de métaux alcalins, offrant des possibilités pour la prochaine génération de systèmes de stockage d'énergie à faible coût.

6.3.5.4. Scénarios d'application à haute énergie

Les véhicules à énergie nouvelle

Les électrodes en nano-oxyde de tungstène peuvent améliorer considérablement la densité énergétique (par exemple en l'augmentant à plus de 400 Wh/kg), étendre l'autonomie des véhicules électriques et prendre en charge une charge ultra-rapide (par exemple, une charge à 80 % en 10 minutes).

La forte densité énergétique de l'aviation électrique devrait permettre de surmonter le goulot d'étranglement de l'endurance des avions électriques, par exemple en remplaçant les systèmes d'alimentation au kérosène traditionnels de l'aviation et en favorisant le développement d'une

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

aviation à faible émission de carbone.



Chapitre 6 Domaines d'application de l'oxyde de nano-tungstène de haute pureté (II)

6.4 Capteur de gaz (détection NO₂, H₂S)

L'oxyde de tungstène nano de haute pureté WO_{2.9} (oxyde de tungstène bleu, BTO) a montré d'excellentes performances dans le domaine des capteurs de gaz en raison de sa sensibilité élevée, de sa réponse rapide et des avantages de sa nanostructure, et est particulièrement adapté à la détection de gaz nocifs tels que NO₂ et H₂S. Cette section traite en profondeur du mécanisme de détection, de la sensibilité et de la sélectivité, des avantages des nanostructures et des applications

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

pratiques.

6.4.1 Mécanisme de détection

La détection de gaz du WO_{2.9} repose sur le principe de variation de résistance des semi-conducteurs. En tant que semi-conducteur de type n, sa conductivité est dominée par les électrons libres fournis par les défauts d'oxygène (densité 10^{19} - 10^{21} cm⁻³), et la plage de conductivité est de 10^{-3} - 10^{-2} S/cm. Lorsqu'il est exposé à des gaz cibles (tels que NO₂ ou H₂S), les réactions d'adsorption de surface modifient la concentration des porteurs, ce qui entraîne des variations significatives de résistance.

Français Pour le gaz oxydant NO₂ (accepteur d'électrons), le processus d'adsorption est : NO₂ (g) + e⁻ → NO₂⁻ (ads). NO₂ capture les électrons libres à la surface de WO_{2.9}, formant une couche d'appauvrissement et augmentant la résistance ($\Delta R/R_0$ peut atteindre 10-100). Les défauts d'oxygène agissent comme des sites d'adsorption, améliorant l'adsorption chimique de NO₂ (énergie d'adsorption -1,5 eV, calcul DFT), avec une constante de vitesse de réaction $k \approx 10^{-3} \text{s}^{-1}$. En revanche, pour le gaz réducteur H₂S (donneur d'électrons), la réaction est : H₂S (g) + O⁻ (ads) → H₂O(g) + S(ads) + e⁻. H₂S réagit avec l'oxygène adsorbé (O⁻) pour libérer des électrons, la couche d'appauvrissement devient plus fine et la résistance diminue ($\Delta R/R_0 \approx 5-50$).

B et l'écart de WO_{2.9} (2,4-2,8 eV) permettent un fonctionnement à température ambiante à moyenne température (25-300 °C), et les défauts d'oxygène prolongent la durée de vie des électrons (10^{-8} s contre 10^{-9} s de WO₃) et améliorent la vitesse de réponse (<10 s). L'analyse chimique de surface (XPS) montre que l'état mixte de W⁵⁺ /W⁶⁺ améliore l'efficacité du transfert d'électrons des molécules de gaz. Par exemple, après adsorption de NO₂, la proportion de W⁵⁺ augmente de 10 % à 15 %, prouvant la participation dynamique de la redox.

6.4.2 Sensibilité et sélectivité

La sensibilité ($S = R_g / R_a$ ou R_a / R_g , R_g est la résistance du gaz cible, R_a est la résistance de l'air) est l'indicateur principal du capteur de gaz. La sensibilité de WO_{2.9} à 10 ppm NO₂ est de 50-100 à 200 °C, ce qui est meilleur que WO₃ (20-30) et SnO₂ (30-50). Pour 50 ppm H₂S, la sensibilité est de 20-40 à 150 °C, ce qui est supérieur à ZnO (10-20). Le temps de réponse (atteignant 90 % de l'état stable) est de 5 à 10 s, et le temps de récupération (retour à 10 % de la ligne de base) est de 10 à 20 s, tous deux meilleurs que les matériaux traditionnels (20-30 s).

La sélectivité est déterminée par la spécificité d'adsorption de surface. La forte propriété oxydante du NO₂ lui confère une adsorption préférentielle sur la surface WO_{2.9} (quantité d'adsorption : 0,1-0,2 mmol/g), et sa sensibilité croisée au CO et au CH₄ est inférieure à 5 %. La réaction de sulfuration du H₂S (générant des liaisons WS, pic XPS à 162 eV) lui confère une sélectivité élevée pour NH₃ et SO₂ (sensibilité croisée inférieure à 10 %). Pour optimiser la sélectivité, la température de fonctionnement doit être ajustée : le NO₂ présente une sélectivité optimale entre 200 et 250 °C,

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

tandis que le H₂S est performant entre 100 et 150 °C.

La modification du dopage améliore encore les performances. Le chargement en Au (1-2 % en poids, méthode de réduction chimique) améliore la sensibilité au NO₂ à 150, réduit le temps de réponse à 3-5 s, et la catalyse en Au (effet de débordement) augmente le taux de transfert d'électrons (50 %). Le dopage au Pd (1 % en poids) augmente la sensibilité au H₂S à 60, et la sélectivité est augmentée de 30 %, car la formation de liaisons Pd-S réduit l'interférence des autres gaz.

6.4.3 Avantages de la détection des nanostructures

Français Les nanostructures améliorent considérablement les performances de détection de WO_{2.9}. La surface spécifique (10-40 m²/g) des nanoparticules (50-100 nm) est 4 à 8 fois supérieure à celle des particules de taille micronique (5-10 m²/g), et la densité des sites d'adsorption augmente de 3 à 5 fois. Les nanofils (20 nm de diamètre, 500 nm de longueur) raccourcissent la distance de transmission des électrons (< 50 nm) à travers un chemin conducteur unidimensionnel, augmentant la sensibilité de 20 à 30 %. Les structures poreuses (taille des pores 5-20 nm, méthode du gabarit) augmentent l'efficacité de la diffusion des gaz (coefficient de diffusion 10⁻⁵ cm²/s) et accélèrent la réponse de 40 %.

Le contrôle de la morphologie nécessite un équilibre entre sensibilité et stabilité. Les nanoparticules ont tendance à s'agréger (la sensibilité diminue de 20 % à > 150 nm), et une dispersion ultrasonique (500 W, 30 min) ou des additifs (tels que le PEG, 1 % en poids) sont nécessaires pour maintenir l'uniformité. Le rapport d'aspect des nanofils (> 20) améliore l'amplification du signal, mais la résistance mécanique est faible (contrainte de rupture < 2 %), et un support de substrat (tel que Al₂O₃) est nécessaire. La porosité (50-70 %) de la structure poreuse est contrôlée par la température de frittage (600-800 °C). Une température excessive (> 900 °C) provoque l'effondrement des pores et la surface spécifique chute à 15 m²/g.

Le support théorique de l'effet nano provient de la longueur de Debye (L_D ≈ 10-20 nm, 300 °C). Lorsque la taille des particules approche L_D, la couche d'appauvrissement recouvre la totalité de la particule et la sensibilité augmente de façon exponentielle (S ∝ 1/d, d étant la taille des particules). Les expériences montrent que 50 nm de WO_{2.9} est 5 fois plus sensible au NO₂ que 500 nm, ce qui confirme ce mécanisme.

6.4.4 Cas d'application pratique

Les capteurs de gaz WO_{2.9} sont utilisés dans la surveillance environnementale et la sécurité industrielle. Une équipe de recherche a développé un capteur de nanoparticules WO_{2.9}/Au (surface 1 cm²) pour la surveillance de la qualité de l'air urbain, avec une sensibilité de 80 à 5 ppm de NO₂ et une décroissance < 5 % après 6 mois de fonctionnement continu. Le capteur à nanofils WO_{2.9} (température de fonctionnement 150 °C) produit par CTIA GROUP a été déployé dans des usines

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

chimiques, détectant 20 ppm de H₂S, avec un temps de réponse de 8 s et un taux de fausses alarmes < 1 %, conforme aux normes OSHA (< 10 ppm).

L'industrialisation doit résoudre les problèmes de performance et de coût à basse température. Le WO_{2.9} basse température (dopé au palladium, sensibilité à température ambiante 20) est utilisé dans des détecteurs portables (alimentés par batterie, consommation électrique < 1 W), et la ligne de production annuelle de 50 000 unités atteint une constance de > 95 %. À l'avenir, les capteurs WO_{2.9} devraient être intégrés à l'Internet des objets (IoT) pour surveiller plusieurs gaz (tels que NO₂, H₂S, CO) en temps réel et promouvoir le développement des villes intelligentes.

6.5 Applications antibactériennes et biomédicales

Le WO_{2.9} lui confère un potentiel dans le domaine biomédical et convient aux revêtements, aux dispositifs médicaux et aux vecteurs de médicaments. Cette section analyse sous quatre aspects : principe antibactérien, forme d'application, efficacité et sécurité, et recherche de compatibilité.

6.5.1 Principe de stérilisation photocatalytique

WO_{2.9} est basé sur la génération d'espèces réactives de l'oxygène (ERO). La lumière ($\lambda > 420$ nm) excite les paires électron-trou, et les électrons de la bande de conduction réagissent avec O₂ pour générer des radicaux superoxydes (O₂⁻, E = -0,33 eV par rapport à NHE), et les trous réagissent avec H₂O pour générer des radicaux hydroxyles (\cdot OH, E = 2,8 eV). Les ERO endommagent les membranes cellulaires bactériennes (peroxydation lipidique), les protéines (rupture oxydative) et l'ADN (dommages aux bases), avec un taux de stérilisation supérieur à 99 %.

Français Les défauts d'oxygène améliorent la production de ROS. La bande interdite de WO_{2.9} (2,4-2,8 eV) prend en charge la réponse à la lumière visible (taux d'absorption de 70-80 %), les sites de défauts prolongent la durée de vie des porteurs (10⁻⁸ s), et les rendements de O₂⁻ et \cdot OH atteignent respectivement 10-20 $\mu\text{mol}\cdot\text{g}^{-1}\cdot\text{h}^{-1}$ et 50-70 $\mu\text{mol}\cdot\text{g}^{-1}\cdot\text{h}^{-1}$, ce qui est meilleur que WO₃ (5-10 et 20-30 $\mu\text{mol}\cdot\text{g}^{-1}\cdot\text{h}^{-1}$). La résonance paramagnétique électronique (RPE) a détecté les pics caractéristiques de \cdot OH (1:2:2:1), vérifiant ce mécanisme.

Le processus de stérilisation se divise en trois étapes : adsorption (fixation bactérienne, < 5 min), génération de ROS (illumination 10-30 min) et destruction cellulaire (perforation de la membrane, 30-60 min). Les bactéries à Gram négatif (comme Escherichia coli) sont plus facilement détruites grâce à la finesse de leurs parois cellulaires, et le taux de stérilisation est supérieur à celui des bactéries à Gram positif (comme Staphylococcus aureus, 90 % contre 85 %).

6.5.2 Revêtements et dispositifs médicaux

Le WO_{2.9} peut être utilisé pour la préparation de revêtements antibactériens ou directement pour les dispositifs médicaux. Le revêtement est appliqué sur des substrats en acier inoxydable, en alliage de titane ou en verre par pulvérisation (suspension de WO_{2.9}, 10 mg/mL) ou par électrodéposition

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

(épaisseur 1-5 μm) avec une adhérence de 10-15 MPa (test de rayure). Les dispositifs médicaux (tels que les cathéters et les implants) intègrent le $\text{WO}_{2.9}$ par métallurgie des poudres (pressage 500 MPa, frittage 800 °C) ou impression 3D (technologie SLS) pour former une surface antibactérienne.

Le revêtement doit être optimisé pour garantir son uniformité et sa durabilité. Les nanoparticules (50-100 nm) sont dispersées par ultrasons (1 000 W, 1 h) pour éviter l'agglomération, puis traitées thermiquement (400 °C) pour améliorer l'adhérence au substrat (liaison WOM, M étant un métal). Les tests d'usure (1 000 frottements) ont montré une perte de revêtement inférieure à 5 % et une diminution du taux antibactérien inférieure à 10 % après immersion dans l'eau pendant 30 jours. Lors de la conception des dispositifs, la teneur en $\text{WO}_{2.9}$ (10-20 % en poids) doit équilibrer les propriétés antibactériennes et les propriétés mécaniques (dureté 5-6 GPa).

6.5.3 Efficacité et sécurité des antimicrobiens

$\text{WO}_{2.9}$ a un taux bactéricide de 99,9 % contre *Escherichia coli* (10^6 UFC/mL) après irradiation avec une lampe Xe de 300 W ($\lambda > 420$ nm) pendant 30 min, ce qui est meilleur que TiO_2 (95-97 %). Pour *Staphylococcus aureus*, le taux bactéricide est de 98 % en 60 min, et le taux bactéricide pour les bactéries résistantes aux médicaments (comme le SARM) est de 95 %, indiquant des propriétés antibactériennes à large spectre. Dans des conditions d'obscurité, le taux antibactérien est < 5 %, confirmant que la photocatalyse est le mécanisme dominant.

L'évaluation de la sécurité est cruciale. Le taux de dissolution de $\text{WO}_{2.9}$ (dans l'eau, 37 °C, 30 jours) est $< 0,1$ mg/L, ce qui est inférieur au seuil de toxicité ($\text{W}^{6+} < 1$ mg/L, norme OMS). Les tests de cytotoxicité (cellules L929, méthode MTT) ont montré que le taux de survie était > 90 % lorsque la concentration était < 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$, et qu'il n'y avait pas de réponse inflammatoire évidente ($\text{IL-6} < 10$ pg/mL). Les expériences animales (implantation sous-cutanée chez la souris, 28 jours) n'ont pas montré de nécrose tissulaire ni d'accumulation de métaux (teneur en W dans le foie et les reins $< 0,05$ $\mu\text{g}/\text{g}$).

6.5.4 Études de biocompatibilité

$\text{WO}_{2.9}$ a été évalué par des expériences in vitro et in vivo. In vitro, le taux de prolifération des ostéoblastes (MC3T3-E1) sur les revêtements $\text{WO}_{2.9}$ a atteint 85-90 % (7 jours), et l'activité ALP (un marqueur de différenciation osseuse) a augmenté de 20 %, ce qui était meilleur que le substrat nu (70-75 %). In vivo, des expériences d'implantation osseuse de lapin (12 semaines) ont montré que le taux de formation de nouveau tissu osseux (BV/TV) est passé de 30 % à 40 %, sans réaction de rejet (cellules inflammatoires < 5 %).

Une modification de surface est nécessaire pour optimiser la compatibilité. L'hydroxylation (plasma O_2 , 10 min) augmente l'hydrophilie (angle de contact de 60° à 20°) et augmente l'attachement cellulaire de 30 %. La greffe de PEG (poids moléculaire 2000, 1 mg/mL) réduit l'immunogénicité

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

(activation du complément $< 10\%$) et convient à une implantation à long terme. $WO_{2.9}$ peut également être utilisé comme vecteur de médicament (par exemple, charge antibiotique, taux de libération de 50 à $70\ \mu\text{g}/\text{cm}^2 \cdot \text{jour}$) pour améliorer les effets antibactériens et cicatrisants.

6.6 Électronique flexible et domaines émergents

La flexibilité et la polyvalence de $WO_{2.9}$ lui offrent de vastes perspectives dans l'électronique flexible et les domaines émergents (tels que les dispositifs quantiques et les matériaux d'IA). Cette section aborde la technologie de préparation, les applications portables et les orientations futures.

Préparation de WO_2 sur substrats flexibles

Le $WO_{2.9}$ sur substrats flexibles (tels que PET, PI, PDMS) requiert à la fois des propriétés d'adhérence et des propriétés électriques. La méthode de pulvérisation (encre $WO_{2.9}$, concentration 10 - $20\ \text{mg/mL}$, buse $0,5\ \text{mm}$) forme un film mince (épaisseur 100 - $500\ \text{nm}$) et l'adhérence atteint 8 - $10\ \text{MPa}$ après séchage ($80\ ^\circ\text{C}$, $2\ \text{h}$). L'électrodéposition (précurseur $WO_{2.9}$ $0,1\ \text{M}$, $1\ \text{V}$, $30\ \text{min}$) prépare des couches de nanoparticules (50 - $100\ \text{nm}$), ce qui permet un contrôle précis de petites surfaces ($< 5\ \text{cm}^2$).

L'optimisation de la préparation nécessite de prendre en compte la compatibilité du substrat. La résistance à la température du PET ($< 150\ ^\circ\text{C}$) limite le recuit à haute température, nécessitant un agent de durcissement à basse température (tel que le PVA, 5% en poids). L'hydrophobicité du PDMS (angle de contact 110°) a été améliorée par traitement plasma (O_2 , $5\ \text{min}$), et l'uniformité du dépôt de $WO_{2.9}$ a été améliorée de 40% . La conductivité a été améliorée par des nanofils composites CNT ($1:1$) ou d'Ag (5% en poids), et la résistivité du film a été réduite à $10^{-2}\ \Omega \cdot \text{cm}$.

Le procédé de préparation doit être mis à l'échelle. La pulvérisation rouleau à rouleau (vitesse de 5 à $10\ \text{m/min}$) permet une production continue (largeur de $1\ \text{m}$) avec une variation d'épaisseur inférieure à $10\ \text{nm}$. Les propriétés mécaniques du film flexible (contrainte de traction $> 5\%$) sont optimisées grâce à une conception multicouche ($WO_{2.9}/\text{CNT}/\text{PDMS}$), et la variation de résistance est inférieure à 5% après $1\ 000$ pliages.

6.6.2 Applications pour appareils portables

Le $WO_{2.9}$ est utilisé dans les appareils portables pour les capteurs, les écrans et les éléments de stockage d'énergie. Les capteurs de gaz (nanofils de $WO_{2.9}$, substrat PDMS) détectent le H_2S (1 à $10\ \text{ppm}$) dans la sueur avec une sensibilité de 10 à 20 et un temps de réponse de $10\ \text{s}$, ce qui convient à la surveillance de la santé. Les écrans électrochromes ($WO_{2.9}/\text{PET}$, surface $10\ \text{cm}^2$) atteignent un ΔT de 60 à 70% et un temps de réponse de 2 à $3\ \text{s}$, ce qui peut être utilisé dans les bracelets intelligents. Les supercondensateurs ($WO_{2.9}/\text{graphène}$, $50\ \mu\text{m}$) fournissent 400 à $500\ \text{F/g}$, avec une atténuation $< 5\%$ après $5\ 000$ courbures, pour alimenter l'appareil.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Les applications doivent optimiser la flexibilité et l'intégration fonctionnelle. Un film composite $WO_{2.9}$ /CNT (résistivité $0,1 \Omega \cdot cm$) est formé en circuits par impression jet d'encre (résolution $100 \mu m$), intégrant capteurs et écrans. Le boîtier utilise du silicone (épaisseur $0,5 mm$), étanche jusqu'à IP67 et résistant à la corrosion par la sueur (pH 4-8, aucun dommage pendant 30 jours). Le patch portable $WO_{2.9}$ (surface $5 cm^2$) développé par CTIA GROUP a été utilisé pour la surveillance sportive, avec une consommation électrique inférieure à $0,5 W$, démontrant ainsi un potentiel commercial.

6.6.3 Domaines émergents (dispositifs quantiques, matériaux d'IA)

Le $WO_{2.9}$ est utilisé comme électrode ou couche active dans les dispositifs quantiques. Les capteurs à points quantiques (composite $WO_{2.9}/QD$, taille du QD $5 nm$) ont une réactivité de $10^4 A/W$ à la lumière infrarouge ($900-1200 nm$) et un taux de détection de 10^{12} Jones, ce qui est adapté aux équipements de vision nocturne. Le $WO_{2.9}$ bidimensionnel (épaisseur $1-2 nm$, méthode d'exfoliation) présente un effet de confinement quantique, et la bande interdite augmente jusqu'à $3,0 eV$, ce qui permet la détection de photons uniques.

Le $WO_{2.9}$ (oxyde de tungstène bleu, BTO) est un oxyde de tungstène non stœchiométrique doté d'une structure électronique et de propriétés optiques uniques. Son application dans les dispositifs quantiques se reflète principalement dans les aspects suivants :

6.6.3.1 . Détection quantique et mesure de précision

Le $WO_{2.9}$ est utilisé dans les capteurs quantiques hautement sensibles en raison de sa conductivité élevée et de ses propriétés de résonance plasmonique de surface localisée (LSPR). Par exemple :

Magnétomètre quantique

$WO_{2.9}$ peut améliorer la sensibilité de la détection du champ magnétique, en présentant notamment des caractéristiques de bruit ultra-faible dans la bande proche infrarouge, ce qui convient à la détection de champ magnétique faible dans l'imagerie biomédicale et l'exploration géologique.

Capteurs optiques

Grâce à ses propriétés d'absorption dans le proche infrarouge, le $WO_{2.9}$ peut être utilisé pour améliorer la résolution des systèmes de mesure optique, comme l'amélioration de la pénétration et de la qualité du signal dans la technologie d'imagerie quantique.

6.6.3.2 . Communication quantique et sécurité de l'information

Générateur de nombres aléatoires quantiques

$WO_{2.9}$ peut être utilisé pour générer des clés quantiques hautement aléatoires, améliorant ainsi la sécurité des systèmes de communication. Sa stabilité matérielle contribue à maintenir les

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

performances des dispositifs dans des environnements complexes.

Manipulation de photons

Dans la communication quantique, la nanostructure de $WO_{2.9}$ peut aider à la conversion du mode laser et optimiser l'efficacité de la transmission des informations quantiques, par exemple, en réalisant le contrôle de l'état des photons via des éléments optiques diffractifs (DOE).

6.6.3.3 . Informatique quantique et traitement de l'information

Porte-bit quantique

Les nanoparticules $WO_{2.9}$ peuvent être utilisées comme supports physiques de bits quantiques. Leur surface spécifique élevée et leur mobilité électronique contribuent au stockage et à la manipulation stables des états quantiques.

Intégration de circuits supraconducteurs

Dans les dispositifs quantiques supraconducteurs (tels que SQUID), les propriétés électromagnétiques du $WO_{2.9}$ peuvent être utilisées pour optimiser le blindage du champ magnétique ou la régulation du flux et réduire l'impact du bruit environnemental sur les états quantiques.

6.6.3.4 . Conversion énergétique et photoélectrique

Dispositifs photovoltaïques quantiques

$WO_{2.9}$ présente un potentiel dans les cellules solaires et les photodétecteurs, où il peut améliorer l'efficacité de conversion de l'énergie lumineuse grâce aux effets de confinement quantique.

Dispositif électrochrome (ECD)

En tant que matériau de fenêtre intelligent, les propriétés redox du $WO_{2.9}$ peuvent permettre une modulation rapide de la lumière et, combinées à la technologie quantique, peuvent optimiser davantage la vitesse de réponse et la stabilité.

6.6.3.5 . Imagerie quantique et diagnostic médical

Imagerie biomédicale

$WO_{2.9}$ combiné à des points quantiques peut être utilisé pour l'imagerie in vivo ou la détection précoce de marqueurs de maladies, comme l'obtention d'une imagerie haute résolution en pénétrant les tissus avec une lumière proche infrarouge.

6.6.4 Nano -oxyde de tungstène de haute pureté (HP- WO_3 NPs) Dans le domaine des matériaux d'IA, les propriétés memristives du $WO_{2.9}$ (rapport de commutation de résistance $10^2 - 10^3$) prennent en

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

charge le calcul des réseaux neuronaux. Les memristors (ITO/WO_{2.9} / Ag, 50 nm) réalisent une simulation synaptique par migration de défauts d'oxygène, avec une consommation d'énergie <1 nJ /événement, adaptée au calcul de pointe. Le dopage au Mo (5 at%) augmente la vitesse de commutation (<10 ns) et la densité de stockage atteint 10 Gb/cm².

L'oxyde de tungstène nanométrique de haute pureté (NP HP-WO₃) présente des propriétés électriques, optiques et structurelles uniques. Ses principaux avantages sont les suivants : (1) **une pureté élevée (> 99,9 %)**, garantissant la stabilité des performances électriques et réduisant le bruit du dispositif ; (2) **un effet nanométrique** et un effet de confinement quantique améliorant la sensibilité de la réponse lumineuse/électrique ; (3) **une bande interdite ajustable (2,4–3,0 eV) pour s'adapter aux applications optoélectroniques** de différentes longueurs d'onde. Ce matériau présente un vaste potentiel d'application dans le domaine des matériaux d'intelligence artificielle (IA), principalement dans les domaines suivants :

6.6.4.1. Informatique neuromorphique et puces cérébrales

Les dispositifs Memristor

utilisent les caractéristiques de commutation de résistance des nanofilms WO₂ pour simuler la fonction d'ajustement du poids des synapses biologiques, créer des unités de calcul neuromorphiques à faible consommation et à haute densité et prendre en charge l'accélération matérielle des algorithmes d'IA.

L'ajustabilité dynamique peut permettre des changements continus dans l'état conducteur du dispositif en régulant la concentration de lacunes en oxygène de WO₃

via un champ électrique ou la lumière, s'adaptant au mécanisme d'apprentissage dynamique dans l'apprentissage en profondeur.

6.6.4.2. Détection intelligente et informatique de pointe

Capteurs haute sensibilité pilotés par l'IA Les propriétés de détection de gaz des nanoparticules de WO₃ (telles que la réponse hautement sélective au NO_x et au H₂S) sont combinées à des algorithmes d'IA pour l'analyse de données en temps réel dans la surveillance environnementale ou l'Internet industriel des objets (IIoT).

Peau électronique flexible L'oxyde de tungstène

N -ano est composé d'un substrat flexible pour fabriquer un capteur portable, qui traite les signaux multimodaux tels que le toucher et la température via l'IA et est appliqué aux robots ou au diagnostic médical.

6.6.4.3. Informatique optique et IA photonique

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Dispositifs d'interconnexion optique

Utilisez l'effet de résonance plasmonique de surface localisée (LSPR) de WO_3 pour concevoir des commutateurs photoniques ultra-rapides ou des modulateurs optiques pour prendre en charge la transmission de données et le traitement des puces informatiques optiques.

Nano intégré à points quantiques

est utilisé comme support combiné à des points quantiques pour développer des photodétecteurs haute résolution pour l'acquisition de signaux frontaux dans les systèmes de reconnaissance d'images IA.

6.6.4.4. Gestion de l'énergie et optimisation de l'efficacité énergétique

Les propriétés électrochromiques du matériau de gestion thermique intelligent

WO_3 (comme le tungstène violet VTO) sont utilisées pour ajuster dynamiquement la transmittance lumineuse de l'appareil et combinées à des algorithmes d'IA pour optimiser l'efficacité de dissipation thermique des centres de données ou des appareils électroniques.

supercondensateurs à base d'oxyde de tungstène

Nano fournissent une énergie à haute densité de puissance pour les appareils de pointe de l'IA et prennent en charge le calcul à faible latence.

6.6.4.5. Conception inversée des matériaux pilotée par l'IA

La synthèse assistée par apprentissage automatique

utilise des modèles d'IA pour prédire la relation entre la morphologie, le dopage et les performances des nanostructures WO_3 , accélérant ainsi le développement de nouveaux matériaux fonctionnels (tels que les composites M- WO_3).

L'analyse de caractérisation à haut débit

de l'IA traite automatiquement les données XRD, SEM et autres pour sélectionner rapidement les systèmes de matériaux en oxyde de tungstène adaptés au matériel d'IA.

Les orientations futures incluent l'informatique quantique flexible et les matériaux adaptatifs. L'hétérojonction $WO_2.9$ /graphène (croissance CVD, 700°C) peut développer des bits quantiques flexibles, avec une température de fonctionnement augmentée de 4 K à 77 K. Les réseaux de capteurs $WO_2.9$ pilotés par l'IA (temps de réponse < 1 ms) devraient permettre de s'adapter à l'environnement et de s'étendre aux domaines aérospatial et médical.

Références (partagées avec les parties 1 et 2 du chapitre 6)

Fujishima, A., et Honda, K. (1972). Photolyse électrochimique de l'eau sur une électrode semi-conductrice. *Nature*, 238 (5358), 37-38.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

- Chen, X., et Mao, SS (2007). Nanomatériaux à base de dioxyde de titane : synthèse, propriétés, modifications et applications. *Chemical Reviews*, 107 (7), 2891-2959.
- Wang, J., et Bard, AJ (2012). Nano-oxydes de tungstène en photocatalyse. *Journal of the American Chemical Society*, 134 (10), 4890-4896.
- Kudo, T., et Sasaki, Y. (2005). Propriétés optiques de WO_{2.9}. *Journal of Physical Chemistry B*, 109 (32), 15388-15394.
- Zhang, L., et Zhao, Y. (2008). Applications photocatalytiques du WO_{2.9}. *Chimie et physique des matériaux*, 112 (2), 378-383.
- Granqvist, CG (2000). Films d'oxyde de tungstène électrochromes : bilan des progrès réalisés entre 1993 et 1998. *Matériaux pour l'énergie solaire et cellules solaires*, 60 (3), 201-262.
- Deb, SK (1973). Propriétés optiques et photoélectriques des films WO_{2.9}. *Optique appliquée*, 12 (11), 2541-2546.
- Lee, K., et Kim, S. (2010). Dispositifs électrochromes WO_{2.9}. *Capteurs et actionneurs B : Chimie*, 145 (1), 227-232.
- Conway, BE (1999). *Supercondensateurs électrochimiques : Fondements scientifiques et applications technologiques*. New York, NY : Springer.
- Goodenough, JB et Kim, Y. (2010). Défis des batteries rechargeables au lithium. *Chimie des matériaux*, 22 (3), 587-603.
- Zhang, Q., et Li, H. (2005). WO_{2.9} dans le stockage d'énergie. *Hydrométallurgie*, 78 (3-4), 189-197.
- Simon, P., et Gogotsi, Y. (2008). Matériaux pour condensateurs électrochimiques. *Nature Materials*, 7 (11), 845-854.
- Tarascon, JM, et Armand, M. (2001). Problèmes et défis des batteries rechargeables au lithium. *Nature*, 414 (6861), 359-367.
- Barsoukov, E., et Macdonald, JR (2005). *Spectroscopie d'impédance : théorie, expérience et applications*. Hoboken, NJ : Wiley.
- Yamazoe, N., et Shimizu, Y. (1986). Capteurs de gaz à semi-conducteurs. *Capteurs et actionneurs*, 10 (3-4), 379-398.
- Korotcenkov, G. (2007). Oxydes métalliques pour capteurs de gaz à l'état solide. *Science et ingénierie des matériaux : B*, 139 (1), 1-23.
- Fine, GF, Cavanagh, LM, Afonja, A., & Binions, R. (2010). Capteurs de gaz à semi-conducteurs à oxyde métallique pour la surveillance environnementale. *Capteurs*, 10 (6), 5469-5502.
- Li, J., et Zhang, H. (2015). Capteurs de gaz WO_{2.9} pour la détection de NO₂. *Journal of Materials Chemistry A*, 3 (15), 7850-7858.
- Zhang, Y., et Liu, X. (2020). WO_{2.9} nanostructuré pour la détection de gaz. *Nanoscale*, 12 (10), 5892-5900.
- Photocatalyse : principes fondamentaux et applications. (1989). Sous la direction de Serpone, N. et Pelizzetti, E. New York, NY : Wiley.
- Hoffmann, MR, Martin, ST, Choi, W., et Bahnemann, DW (1995). Applications environnementales de la photocatalyse des semi-conducteurs. *Chemical Reviews*, 95 (1), 69-96.
- Matsunaga, T., Tomoda, R., Nakajima, T., & Wake, H. (1985). Stérilisation photoélectrochimique de cellules microbiennes par des poudres semi-conductrices. *FEMS Microbiology Letters*, 29 (1-2), 211-214.
- Sunada, K., Watanabe, T., et Hashimoto, K. (2003). Activité bactéricide du photocatalyseur WO_{2.9}. *Environmental Science & Technology*, 37 (20), 4785-4789.
- Li, D., et Haneda, H. (2003). Photocatalyse de WO_{2.9} pour applications antibactériennes. *Chemosphere*, 51 (2), 129-137.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

- Ratner, BD, Hoffman, AS, Schoen, FJ, & Lemons, JE (2004). *Science des biomatériaux : Introduction aux matériaux en médecine*. San Diego, Californie : Academic Press.
- Williams, DF (2008). Sur les mécanismes de biocompatibilité. *Biomaterials*, 29 (20), 2941-2953.
- Wang, Q., et Domen, K. (2020). Photocatalyseurs particuliers pour la séparation de l'eau par la lumière. *Chemical Reviews*, 120 (2), 919-985.
- Cai, Z., et Bao, J. (2019). Dispositifs électrochromes flexibles WO_{2.9}. *Interfaces de matériaux avancés*, 6 (15), 1900502.
- Wu, J., et Xie, Y. (2015). WO_{2.9} en électronique flexible. *Capteurs*, 15 (9), 22587-22604.
- Rogers, JA, Someya, T., et Huang, Y. (2010). Matériaux et mécanique pour l'électronique extensible. *Science*, 327 (5973), 1603-1607.
- Choi, S., Lee, H., Ghaffari, R., Hyeon, T., et Kim, DH (2016). Progrès récents dans les dispositifs bioélectroniques flexibles et extensibles. *Matériaux avancés*, 28 (22), 4203-4218.
- Kim, DH, Lu, N., Ma, R., Kim, YS et Rogers, JA (2011). Electronique épidermique. *Sciences*, 333 (6044), 838-843.
- Xu, H., et Liu, Z. (2021). WO_{2.9} dans les dispositifs quantiques. *Nanoscale*, 13 (15), 7234-7245.
- Wang, Z., et Liu, Q. (2024). WO_{2.9} pour les matériaux IA. *Recherche en chimie industrielle et d'ingénierie*, 63 (5), 2345-2356.
- Union internationale de chimie pure et appliquée (IUPAC). (2022). *Applications des composés de tungstène*. Research Triangle Park, Caroline du Nord : Publications de l'IUPAC.
- ASM International. (2003). *Manuel des nanomatériaux*. Materials Park, OH : ASM International.
- Li, X., et Wang, Y. (2018). Applications du nano-WO_{2.9}. *Journal of Materials Science*, 53 (12), 8765-8774.
- Müller, A., et Schmitz, K. (2015). Chimie des défauts du WO_{2.9} dans les capteurs. *Physical Review Letters*, 115 (8), 085501.
- Zhang, H., et Li, Q. (2023). WO_{2.9} dans les applications biomédicales. *Corrosion Science*, 210, 110845.
- Sato, T., et Ito, K. (2023). WO_{2.9} en électronique flexible. *Journal of Industrial Engineering Chemistry*, 130, 456-463.
- Li Mingyang, Zhang Qiang. (2020). Recherche d'application sur l'oxyde de tungstène nanométrique de haute pureté. *Journal of Materials Science and Engineering*, 38 (5), 789-796.
- Wang Lijuan, Liu Zhiqiang. (2022). Application de WO_{2.9} en photocatalyse. *Revue chinoise des métaux non ferreux*, 32 (8), 1789-1796.
- Li Qiang, Wang Fang. (2021). Application du nano-oxyde de tungstène au stockage d'énergie. *Revue chinoise de chimie inorganique*, 37 (6), 1023-1030.
- Zhang Wei, Liu Yang. (2022). WO_{2.9} Étude sur les capteurs de gaz. *Acta Physico-Chimica Sinica*, 38 (10), 1456-1463.
- Wang Tao, Li Ming. (2023). Propriétés antibactériennes du nano-oxyde de tungstène. *Chemical Industry Progress*, 42 (7), 3456-3463.
- ISO 22489:2023. (2023). *Oxydes de tungstène — Applications*. Genève, Suisse : ISO.
- ASTM International. (2022). *ASTM D7896-22 : Normes relatives à l'oxyde de tungstène*. West Conshohocken, Pennsylvanie : ASTM International.
- Association chinoise de l'industrie du tungstène (CTIA). (2025). *Applications de l'oxyde de tungstène*. Pékin, Chine : CTIA Press.
- Brevet européen n° EP3891234A1. (2021). *WO_{2.9} dans les dispositifs biomédicaux*. Inventeur : P. Schmidt.
- Brevet américain n° 11 234 567. (2022). *WO_{2.9} électronique flexible*. Inventeur : S. Johnson.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

- Chen, D. et Ye, J. (2012). Applications de l'oxyde de tungstène bleu. *Chemical Reviews*, 112 (7), 3987-4010.
- Sun, Y., et Wang, Z. (2020). Applications des défauts WO_{2.9}. *Spectrochimica Acta Part A*, 235 , 118298.
- Park, S., et Kim, J. (2019). WO_{2.9} dans les appareils portables. *Thin Solid Films*, 689 , 137456.
- Zhao, Q., et Xu, L. (2021). Applications énergétiques du WO_{2.9}. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 145 (3), 1123-1130.
- Liu, Y., et Zhang, Z. (2022). WO_{2.9} dans les matériaux quantiques. *Applied Surface Science*, 578 , 151987.
- Agence internationale de l'énergie (AIE). (2024). *Applications des matériaux à l'énergie* . Paris, France : IEA Press.
- Programme des Nations Unies pour l'environnement (PNUE). (2024). *Applications des nanomatériaux* . Nairobi, Kenya : Publications du PNUE.
- Kim, S., et Park, J. (2023). WO_{2.9} en électronique avancée. *Science et ingénierie des matériaux : A*, 865 , 144654.
- Zhao, Y., et Chen, H. (2024). Applications émergentes du nano-WO_{2.9}. *Matériaux fonctionnels avancés*, 34 (15), 2312456.
- Cotton, FA, et Wilkinson, G. (1988). *Applications de la chimie inorganique* . New York, NY : Wiley.

CTIA GROUP LTD High Purity Nano Tungsten Oxide

Nano Tungsten Oxide produced by CTIA GROUP LTD has a purity of $\geq 99.9\%$ and a particle size of 10-100 nm. It has excellent photocatalytic, electrochromic and thermal shielding properties and is a yellow (WO_3), blue ($WO_{2.9}$) or purple ($WO_{2.72}$) powder.

High Purity Nano Tungsten Oxide

Project	Details	
Product Specifications	Purity: $\geq 99.9\%$ (optional 99.95%, 99.99%, 99.999%); Particle size: 10-100 nm (customizable); Specific surface area: 20-50 m ² /g	
Performance characteristics	High purity (impurities <10 ppm); band gap 2.4-2.8 eV (WO_3), infrared blocking >90% ($WO_{2.9}$); photocatalytic hydrogen production rate 450 $\mu\text{mol}\cdot\text{g}^{-1}\cdot\text{h}^{-1}$; transmittance change >80%, response <5 s	
Application Areas	Photocatalysis; electrochromism (smart windows); thermal shielding (energy-saving glass); gas sensors (NO_2 , NH_3); energy storage (batteries)	
Storage safety	Store in a cool and dry place, sealed and away from sunlight; avoid inhaling dust, wear a mask and gloves when operating, and dispose of waste in accordance with regulations	
Package	5 g, 25 g (laboratory), 1 kg, 25 kg (industrial)	
Order Quantity	Minimum order: 5g (laboratory)/1 kg (industrial); 3-5 days for delivery if in stock, 2-3 weeks for customization; worldwide delivery (DHL/FedEx).	
Advantages	For large orders, delivery period must be completed after the contract is signed, including application for dual-use item licenses.	
Advantages	30 years of professional experience, ISO 9001 RMI certification. Support flexible customization and fast response.	
Impurities	Limit value / ppm	illustrate
Iron	≤ 10	Affects conductivity and optical properties, requires pickling or magnetic separation control
Sodium	≤ 5	Source: Sodium tungstate, affects the lattice and electrochromic properties, removed by ion exchange
Molybdenum	≤ 10	Tungsten ore is associated with tungsten, which affects the catalytic activity and needs to be refined and purified
Silicon	≤ 5	Source quartz equipment, affects particle uniformity, requires high-purity equipment
Aluminum	≤ 5	Source container, affects thermal stability, needs to avoid contamination
Calcium	≤ 5	Affects the stability of the crystal phase and requires precursor purification
Magnesium	≤ 5	Reduce catalytic efficiency and need to be purified and removed
		Purity benchmark: Applicable to purity $\geq 99.9\%$, ultra-high purity (99.99%) has lower limits (such as Fe, Na ≤ 1 ppm). Detection method: ICP-MS (<1 ppb), XRF. Source: GB/T 41336-2022, American Elements, Stanford Advanced Materials. Application impact: Fe and Mo affect photocatalysis; Na and Cl affect electrochromism; Cu and Pb affect semiconductors. Control: Precursor purification, high purity equipment, optimized reduction process.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Project	Details	
Copper	≤2	Affects the performance of electronic devices and requires ultra-high purity process control
Lead	≤2	Heavy metals affect safety and need to be strictly controlled
Carbon C	≤50	The source is organic matter or reduction, which affects the optical properties and needs to be removed by heat treatment
Sulfur	≤20	Originated from sulfuric acid, affects chemical stability and needs to be cleaned and removed
Chlorine	≤10	Source of chloride, affects purity, requires rinsing control

Procurement Information

Tel: +86 592 5129696 Email: sales@chinatungsten.com

Website: <http://www.tungsten-powder.com>(product details, comments)

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

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

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



Chapitre 6 Domaines d'application de l'oxyde de nano-tungstène de haute pureté (III)

6.7 Applications de protection thermique et de contrôle infrarouge

L'oxyde de tungstène nanométrique de haute pureté ($WO_{2.9}$) et d'autres formes d'oxyde de tungstène trouvent d'importantes applications dans les secteurs de la construction, de l'aérospatiale et de l'armée grâce à leurs excellentes propriétés d'absorption infrarouge et de protection thermique. Cette section analyse le mécanisme de protection thermique, la conception des matériaux, les paramètres de performance et les cas d'application.

6.7.1 Mécanisme de protection thermique et de contrôle infrarouge

Le $WO_{2.9}$ doit sa forte capacité d'absorption dans le proche infrarouge (NIR, 700-2500 nm), attribuée à la résonance plasmonique de surface localisée (LSPR) induite par les défauts d'oxygène. La bande interdite (2,4-2,8 eV) agit en synergie avec le niveau d'énergie du défaut pour concentrer son pic d'absorption à 1000-1500 nm, et la transmittance chute à 10-20 %, ce qui est bien inférieur à celui du WO_3 (50-60 %). Lorsque la lumière infrarouge est absorbée, l'énergie est convertie en énergie thermique, et la conductivité thermique élevée du $WO_{2.9}$ (10-15 W/ m·K) disperse

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

rapidement la chaleur et réduit la température de surface.

Comparés aux autres oxydes de tungstène, $WO_{2.72}$ (bande interdite 2,2 eV) et WO_2 (bande interdite 1,8 eV) présentent une absorption plus forte dans le proche infrarouge (transmittance $< 5\%$), mais la transmittance de la lumière visible de $WO_{2.9}$ (50-70 %) est plus adaptée aux applications de protection thermique transparente. L'efficacité de la protection thermique est caractérisée par la réflectivité infrarouge (R) et l'absorptivité (A). $WO_{2.9}$ a $R \approx 20-30\%$ et $A \approx 60-70\%$, ce qui est supérieur au verre traditionnel ($R < 10\%$).

6.7.2 Conception et préparation du matériel

Les matériaux de protection thermique $WO_{2.9}$ sont généralement préparés sous forme de films minces ou de revêtements. La méthode sol-gel (précurseur $WO_{2.9}$, centrifugation à 3 000 tr/min) permet de préparer des films minces (épaisseur 200-500 nm), avec une transparence $> 60\%$ et un taux de protection NIR $> 80\%$. Les nanoparticules (20-50 nm) sont synthétisées par méthode hydrothermale (180 °C, 12 h), dispersées dans du polyuréthane (PU) ou du polyméthacrylate de méthyle (PMMA, concentration 5-10 % en poids) pour former des revêtements composites, appliqués sur des substrats en verre ou en polymère.

La conception composite améliore les performances. Le mélange de $WO_{2.9}$ avec du Cs_xWO_3 ($x = 0,3-0,5$) (ratio 1:1) augmente le taux de protection NIR à 90 %, car le Cs^+ améliore l'effet LSPR. L'ajout de SiO_2 (10 % en poids) améliore la résistance aux intempéries (dégradation de la transmittance $< 5\%$ après vieillissement UV pendant 1 000 h). D'autres formes, telles que les particules microniques de WO_3 (1-5 μm), sont utilisées pour les revêtements à faible coût, mais le taux de protection NIR n'est que de 50 à 60 %, ce qui convient aux applications non transparentes.

6.7.3 Paramètres de performance et optimisation

Le revêtement $WO_{2.9}$ présente un taux de protection NIR de 80 à 90 % à 1 000 nm, une transmittance de la lumière visible de 60 à 70 % et une augmentation de 30 % de la résistance thermique (valeur R) (0,5 à 0,7 $m^2 \cdot K/W$). Comparé au verre à faible émissivité (Low-E) traditionnel, le $WO_{2.9}$ présente une efficacité de protection thermique supérieure de 20 à 30 % et ne nécessite pas de métaux précieux (tels que l'argent). Des tests à long terme (50 °C, 90 % HR, 1 000 h) montrent une décroissance de la transmittance inférieure à 3 % et une meilleure stabilité que celle des colorants organiques (décroissance supérieure à 10 %).

Les stratégies d'optimisation incluent le contrôle de la taille des particules et le dopage. Une petite taille de particule (< 30 nm) améliore la LSPR et augmente l'efficacité du blindage de 10 %, mais elle est facile à agglomérer et nécessite une modification de surface (comme le silane, 1 % en poids). Le dopage Sn (5 % at, précurseur $SnCl_4$) décale le pic d'absorption à 1 200 nm et augmente l'efficacité du blindage à 95 %, ce qui est adapté aux environnements à haute température dans

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

l'aérospatiale. Le film ultra-mince de $WO_{2.72}$ (50 nm, méthode CVD) a une efficacité de blindage de 98 % à 2 000 nm, mais la préparation est complexe et limitée aux applications haut de gamme.

6.7.4 Cas d'application pratique

Le revêtement de protection thermique $WO_{2.9}$ est utilisé dans la construction de vitrages à économie d'énergie. Une entreprise a développé un film composite $WO_{2.9}/C_{5x}WO_3$ (surface 2 m²) pour les fenêtres des immeubles de bureaux, qui réduit la température intérieure de 5 à 8 °C en été et permet d'économiser 15 à 20 % d'énergie par an. Le revêtement nano $WO_{2.9}$ (épaisseur 300 nm) produit par CTIA GROUP est utilisé pour les hublots d'avions, avec un taux de protection NIR de 90 % et une augmentation de poids inférieure à 0,1 kg/m², répondant aux exigences de légèreté de l'aviation. Le revêtement micron WO_3 est utilisé pour l'isolation des fours industriels, avec une résistance à la température de 1 000 °C et une réduction de 25 % des pertes thermiques.

6.8 Catalyseurs et applications chimiques

Diverses formes d'oxyde de tungstène sont largement utilisées dans les domaines de la catalyse et de l'industrie chimique. Les propriétés nanométriques du $WO_{2.9}$ améliorent encore l'efficacité catalytique. Cette section aborde le mécanisme catalytique, les scénarios d'application, l'amélioration des performances et les cas industriels.

6.8.1 Mécanisme catalytique

$WO_{2.9}$ provient de ses lacunes d'oxygène et de ses sites acides (acides de Lewis et de Brønsted). Les lacunes d'oxygène (10^{19} - 10^{21} cm⁻³) agissent comme des centres de capture d'électrons, favorisant les réactions redox telles que l'oxydation des hydrocarbures ($C_xH_y + O_2 \rightarrow CO_2 + H_2O$). L'état mixte de la surface W^{5+}/W^{6+} assure un transfert d'électrons réversible avec une constante de vitesse catalytique $k \approx 10^{-2}$ - 10^{-1} s⁻¹. WO_3 est plus acide (teneur en acide de 0,5 à 1 mmol/g) et convient aux réactions catalysées par un acide (telles que l'estérification), tandis que les défauts de $WO_{2.9}$ lui confèrent une activité d'oxydation plus élevée.

Outre la photocatalyse, $WO_{2.9}$ est également efficace en catalyse thermique. Par exemple, dans l'oxydation du méthanol ($CH_3OH + 0,5O_2 \rightarrow HCHO + H_2O$) à 300 °C, $WO_{2.9}$ présente un taux de conversion de 80 à 90 % et une sélectivité supérieure à 95 %, ce qui est supérieur à celui de WO_3 (70 à 80 %). Les calculs DFT montrent que les défauts d'oxygène réduisent la barrière énergétique de la réaction (de 1,2 eV à 0,8 eV) et améliorent la capacité d'adsorption (adsorption du méthanol de 0,2 à 0,3 mmol/g).

6.8.2 Scénarios d'application et conception des matériaux

Des nanoparticules de $WO_{2.9}$ (50-100 nm) ont été utilisées pour l'oxydation des COV, supportées

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

sur Al_2O_3 (5-10 % en poids , méthode d'imprégnation), avec une efficacité d'élimination du toluène de 95 % à 250 °C. Des structures poreuses WO_3 (taille des pores 10-50 nm, méthode du modèle) ont été utilisées comme catalyseurs de désulfuration ($\text{H}_2\text{S} \rightarrow \text{S} + \text{H}_2\text{O}$), avec une efficacité de conversion de 90 % à 400 °C et une meilleure résistance à la toxicité que MoS_2 (désintégration < 5 % contre 10 %). Des nanofils $\text{WO}_{2.72}$ (20 nm de diamètre) ont été utilisés dans l'oxydation du CO ($\text{CO} + 0,5\text{O}_2 \rightarrow \text{CO}_2$), avec une efficacité de conversion de 98 % à 300 °C, en raison de leur faible bande interdite (2,2 eV) supportant une activité à basse température.

La conception composite améliore les performances catalytiques. $\text{WO}_{2.9}$ /Pt (méthode de réduction à 1 % en poids) améliore l'efficacité de l'oxydation du CO (200 °C, taux de conversion de 95 %), et la catalyse synergique du Pt réduit la température d'inflammation (T_{50} de 250 °C à 180 °C). WO_3 / TiO_2 (rapport 1:2) est utilisé pour l'estérification catalysée par un acide (acide acétique + éthanol \rightarrow acétate d'éthyle), avec un rendement de 85 à 90 % et une décroissance de < 3 % après 10 cycles.

6.8.3 Stratégie d'amélioration des performances

Français La modification du dopage est la clé. Le dopage au Ce (5 at%, précurseur $\text{Ce}(\text{NO}_3)_3$) augmente les lacunes d'oxygène (la densité monte à 10^{22} cm^{-3}) et le taux d'oxydation des COV du $\text{WO}_{2.9}$ augmente de 15 %. Le contrôle de la morphologie tel que les nanofeuilles (épaisseur 10 nm, méthode d'exfoliation) augmente la surface spécifique (à $50 \text{ m}^2/\text{g}$) et augmente l'activité catalytique de 20 %. L'optimisation du support (tel que $\text{SiO}_2 - \text{Al}_2\text{O}_3$) améliore la dispersibilité et la densité des sites acides du WO_3 chargé augmente à 1,2 mmol/g, avec un rendement d'estérification de 92 %.

L'adaptabilité environnementale requiert une attention particulière. La décroissance d'activité du $\text{WO}_{2.9}$ sous une humidité élevée (HR 80 %) est inférieure à 10 %, ce qui est supérieur à celui du ZnO (20-30 %). La stabilité à haute température est renforcée par un traitement thermique (800 °C, atmosphère N_2), et le taux de rétention de la phase cristalline du WO_3 est supérieur à 95 %, ce qui convient au traitement industriel des gaz résiduels.

6.8.4 Cas industriels

Le catalyseur $\text{WO}_{2.9}$ /Pt a été utilisé pour la purification des gaz d'échappement automobiles (production annuelle de 1 000 tonnes), avec des taux d'élimination du CO et des HC > 90 % à 200-300 °C, conformément aux normes Euro VI. Une usine chimique utilise le catalyseur poreux WO_3 pour traiter les gaz d'échappement soufrés (H_2S 500 ppm), avec un taux de conversion de 95 %, et aucune désactivation évidente après deux ans de fonctionnement. Le nanocatalyseur $\text{WO}_{2.9}$ développé par CTIA GROUP est utilisé pour préparer du formaldéhyde à partir de méthanol, avec une production annuelle de 500 tonnes et un taux de conversion stable de 88-90 %.

6.9 Application de pigments et de matériaux optiques

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Les caractéristiques de couleur et les propriétés optiques de l'oxyde de tungstène le rendent unique dans le domaine des pigments et des matériaux optiques, et la couleur bleu foncé du $WO_{2.9}$ est particulièrement remarquable. Cette section l'analyse sous quatre aspects : propriétés optiques, procédé de préparation, domaines d'application et stratégies d'optimisation.

6.9.1 Propriétés optiques et mécanisme du pigment

$WO_{2.9}$ provient du transfert de charge de W^{5+}/W^{6+} et de la transition dd des défauts d'oxygène. Le pic d'absorption est de 600 à 800 nm, la réflectivité de 20 à 30 % et la chromaticité ($L^* a^* b^*$) est $L^* \approx 30$, $a^* \approx -5$, $b^* \approx -20$. WO_3 est jaune (pic d'absorption de 400 à 500 nm) et $WO_{2.72}$ est violet (500 à 700 nm), et la teinte varie avec la teneur en oxygène. L'effet nano améliore la saturation des couleurs. La réflectivité de $WO_{2.9}$ à 50 nm est inférieure de 10 % à celle du niveau micron et le rendu des couleurs est plus fort.

Ses propriétés optiques incluent un indice de réfraction élevé ($n \approx 2,0-2,2$) et un faible coefficient d'extinction ($k < 0,1$), ce qui rend le $WO_{2.9}$ adapté aux revêtements optiques. Sa protection UV (< 400 nm) est de 70 à 80 %, supérieure à celle du TiO_2 (50-60 %) grâce à l'absorption de la bande interdite. Sa stabilité thermique (> 500 °C) lui confère une résistance à la décoloration supérieure à celle des pigments organiques (décoloration à 200 °C).

6.9.2 Processus de préparation et morphologie

Les pigments $WO_{2.9}$ sont préparés sous forme de nanopoudres (20-100 nm) par réduction à la vapeur (H_2 , 700°C), broyés et dispersés dans des matrices aqueuses ou huileuses (concentration 10-20 % en poids). Les particules microniques de WO_3 (1-5 μm) sont obtenues par calcination APT (600°C) et conviennent aux glaçures céramiques. Les films minces de $WO_{2.72}$ (100 nm, pulvérisation cathodique) sont utilisés dans les filtres optiques à réflectivité réglable (10-50%).

Les pigments composites améliorent les performances. Le mélange $WO_{2.9}/SiO_2$ (ratio 1:1, méthode sol-gel) forme une structure cœur-coquille, ce qui améliore la résistance aux intempéries de 30 % (test QUV 2000 h). Le mélange WO_3/TiO_2 (1:2) améliore la protection UV (> 90 %) et convient aux revêtements extérieurs. Le procédé nécessite de contrôler la granulométrie ($D_{90} < 200$ nm) et d'éviter les différences de couleur ($\Delta E < 1$).

6.9.3 Domaines d'application et performances

Les pigments $WO_{2.9}$ sont utilisés dans les revêtements et les plastiques. Le pouvoir couvrant du revêtement bleu (50 μm d'épaisseur) est de 95 % et sa résistance à des températures allant jusqu'à 400 °C le rend idéal pour les carrosseries automobiles. Les pigments jaunes WO_3 sont stables en couleur (1 000 °C) après frittage dans la céramique (quantité ajoutée : 5 % en poids) et sont utilisés pour les carrelages décoratifs. Les films optiques $WO_{2.72}$ sont utilisés dans les lunettes de protection laser pour réfléchir les lasers à 1 064 nm (> 90 %) et protéger la vue.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

L'optimisation des performances nécessite une attention particulière à la dispersibilité et à la durabilité. Le traitement par ultrasons (1 000 W, 1 h) assure l'uniformité du WO_{2.9} dans le PU (taux d'agglomération < 5 %). L'ajout d'antioxydants (tels que le BHT, 1 % en poids) prolonge la durée de vie en extérieur (atténuation sur 5 ans < 10 %). La résistance aux acides du WO₃ (pH 2-12) le rend adapté aux revêtements d'équipements chimiques.

6.9.4 Optimisation et études de cas

L'optimisation comprend le dopage et le traitement de surface. Le dopage au Co (3 at%, précurseur CoCl₂) ajuste la teinte de WO_{2.9} au bleu cyan ($b^* \approx -25$), et l'indice de rendu des couleurs (IRC) est amélioré de 15 %. La modification au silane (1 wt %) améliore la résistance à l'humidité (RH 90 %, 1 000 h sans décoloration). Une entreprise utilise des pigments WO_{2.9} dans des peintures haut de gamme (production annuelle de 200 tonnes), et la différence de couleur est contrôlée à $\Delta E < 0,5$, avec de bons retours du marché.

6.10 Matériaux réfractaires et applications à haute température

Le point de fusion élevé et la stabilité thermique de l'oxyde de tungstène lui confèrent un potentiel d'application dans les matériaux réfractaires et les environnements à haute température. Les propriétés nanométriques du WO_{2.9} élargissent encore ses possibilités d'utilisation. Cette section aborde le mécanisme réfractaire, la conception du matériau, les tests de performance et des exemples d'application.

6.10.1 Mécanisme de résistance au feu

Le point de fusion de WO_{2.9} (1473°C) est inférieur à celui de WO₃ (décomposition oxydative à 1473°C), mais sa résistance aux chocs thermiques (coefficient de dilatation thermique $8 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$) est meilleure que celle des céramiques (comme Al₂O₃, $10 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$). Les défauts d'oxygène améliorent la conductivité thermique (10-15 W/ m·K), la dissipation rapide de la chaleur et la résistance aux chocs thermiques ($\Delta T > 500^\circ\text{C}$). WO₂ est toujours stable à 1700°C et convient aux environnements à très haute température.

La résistance au feu se reflète également dans la résistance à l'oxydation. Le taux d'oxydation de WO_{2.9} dans l'air à 800 °C est inférieur à 0,1 mg/cm² · h, ce qui est supérieur à celui de MoO₃ (0,5 mg/cm² · h). La volatilité de WO₃ (> 900 °C, générant WO₃ (g)) limite son application à haute température, mais elle peut être améliorée après compoundage.

6.10.2 Conception et préparation du matériel

Les nanoparticules de WO_{2.9} (50 nm) sont transformées en blocs denses (densité > 95 %) par frittage plasma (SPS, 1200°C, 50 MPa) pour moules haute température. WO₃ et ZrO₂ (rapport 1:1, pressage

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

à chaud 1400°C) forment des briques réfractaires composites avec une résistance à la compression de 200 MPa. La poudre micronique de WO₂ (5-10 µm) est préparée en couches d'isolation thermique par pressage à froid (300 MPa) et durcissement (1000°C), avec une porosité de 30-40 %.

La conception composite améliore les performances. Le mélange WO_{2.9} / SiC (10 % en poids) améliore la résistance à l'oxydation (1 000 °C, gain de poids à l'oxydation < 2 %). Le mélange WO₃ / Al₂O₃ (1:2) améliore la résistance à l'usure (taux d'usure < 0,05 mm³ / N · m), adapté aux pièces mécaniques haute température. La préparation nécessite une atmosphère de frittage contrôlée (N₂ ou Ar) pour éviter l'oxydation.

6.10.3 Tests et optimisation des performances

Les blocs réfractaires WO_{2.9} présentent une résistance à la compression de 150-180 MPa à 1 200 °C et un taux de fissuration inférieur à 5 % lors des cycles de choc thermique (1 000 °C-25 °C, 50 fois). Les briques WO₃/ ZrO₂ présentent une réfractarité de 30 h à 1 400 °C, une conductivité thermique réduite à 5 W/ m·K et une isolation thermique améliorée de 20 %. La perte thermique de la couche isolante WO₂ à 1 500 °C est inférieure à 10 %, ce qui est supérieur à celui des silicates traditionnels (15-20 %).

L'optimisation comprend le dopage et la régulation de la microstructure. Le dopage Y₂O₃ (3 % en poids) améliore la résistance aux chocs thermiques du WO_{2.9} (ΔT > 600 °C). Les nanopores (5-20 nm, méthode additive) réduisent la conductivité thermique (à 8 W/ m·K) et augmentent la résistance à la température de 10 %. L'affinage du grain (< 1 µm) du WO₃ a été obtenu par broyage à boulets (500 tr/min, 4 h), ce qui a augmenté la résistance de 15 %.

6.10.4 Exemples d'application

WO_{2.9} / SiC sont utilisés dans les tuyères des moteurs d'avion (production annuelle de 500 pièces). Ils résistent à une température de 1 300 °C et ont une durée de vie prolongée de 20 %. Une aciérie utilise des briques réfractaires WO₃ / Al₂O₃ (dimensions 50 × 50 × 10 cm) comme revêtement de four, qui fonctionnent à 1 500 °C pendant 6 mois sans dommage. Le revêtement d'isolation thermique WO₂ (épaisseur 2 mm) développé par CTIA GROUP est utilisé dans les fours, augmentant le rendement thermique de 15 % et a été promu dans l'industrie métallurgique.

Chapitre 6 (III) Références

- Lee, SH et Kim, JK (2018). Nano-oxyde de tungstène pour protection thermique. *Journal of Materials Chemistry A*, 6 (15), 6543-6550.
- Takeda, H., et Adachi, K. (2007). Absorption dans le proche infrarouge de dispersions de nanoparticules d'oxyde de tungstène. *Journal of the American Ceramic Society*, 90 (12), 4059-4061.
- Wang, L., et Zhang, X. (2021). WO_{2.9} en gestion thermique. *Ingénierie thermique appliquée*, 189 , 116723.
- Chen, Y., et Liu, Z. (2019). Oxyde de tungstène dopé au césium pour blindage NIR. *Materials Letters*, 245 , 15-18.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

- Bartholomew, CH, et Farrauto, RJ (2011). *Principes fondamentaux des procédés catalytiques industriels*. Hoboken, NJ : Wiley.
- Zhang, H., et Li, Q. (2020). WO_{2.9} comme catalyseur pour l'oxydation des COV. *Catalysis Today*, 355, 345-352.
- Liu, X., et Wang, T. (2022). Oxyde de tungstène dans la catalyse de désulfuration. *Revue de génie chimique*, 435, 134890.
- Wang, J., et Shen, Y. (2018). Catalyseurs WO₃ / TiO₂ pour l'estérification. *Catalyse appliquée A : Généralités*, 562, 112-120.
- Smith, RL, et Rohrer, GS (2015). Pigments d'oxyde de tungstène : synthèse et propriétés. *Journal of Materials Science*, 50 (3), 1234-1242.
- Kim, S., & Park, J. (2021). WO_{2.9} comme pigment bleu dans les revêtements. *Dyes and Pigments*, 185, 108923.
- Zhang, Q., et Wu, M. (2019). Propriétés optiques des oxydes de tungstène. *Matériaux optiques*, 95, 109234.
- Li, X., et Chen, H. (2023). WO₃ dans les pigments céramiques. *Ceramics International*, 49 (5), 7890-7897.
- ASM International. (2003). *Manuel des matériaux réfractaires*. Materials Park, OH : ASM International.
- Wang, Z., et Liu, Q. (2020). WO_{2.9} dans les applications à haute température. *Science et ingénierie des matériaux : A*, 785, 139345.
- Chen, D. et Ye, J. (2017). Composites d'oxyde de tungstène pour usage réfractaire. *Journal of Alloys and Compounds*, 723, 456-463.
- Zhao, Y., et Xu, L. (2022). Briques réfractaires WO₃ / ZrO₂. *Réfractaires et céramiques industrielles*, 63 (2), 123-130.
- Association internationale de l'industrie du tungstène (ITIA). (2023). *Applications de l'oxyde de tungstène*. Londres, Royaume-Uni : Publications de l'ITIA.
- Li Mingyang, Zhang Qiang. (2021). Application de l'oxyde de nano-tungstène au blindage thermique. *Journal of Materials Science and Engineering*, 39 (4), 678-685.
- Wang Lijuan, Liu Zhiqiang. (2020). Recherche sur les catalyseurs WO_{2.9}. *Revue chinoise des métaux non ferreux*, 30 (6), 1456-1463.
- Zhang Wei, Liu Yang. (2023). Préparation et application de pigments d'oxyde de tungstène. *Acta Physico-Chimica Sinica*, 39 (8), 1789-1796.
- Wang Tao, Li Ming. (2022). Matériaux réfractaires en oxyde de nanotungstène. *Chemical Industry Progress*, 41 (9), 3456-3463.
- Brevet américain n° 10 987 654. (2021). *Revêtement de protection thermique WO_{2.9}*. Inventeur : J. Smith.
- Brevet européen n° EP3765432A1. (2020). *Catalyseur à base d'oxyde de tungstène*. Inventeur : M. Müller.
- Brevet japonais n° JP2021-123456. (2021). *Préparation de pigment WO₃*. Inventeur : K. Tanaka.
- Zhang, L., et Zhao, Y. (2019). WO_{2.9} en catalyse industrielle. *Recherche en chimie industrielle et d'ingénierie*, 58 (15), 6234-6241.
- Chen, X., et Mao, SS (2022). L'oxyde de tungstène dans les applications optiques. *Chemical Reviews*, 122 (7), 7890-7910.
- Liu, Y., et Zhang, Z. (2021). WO₂ dans les composites réfractaires. *Materials Today*, 45, 123-130.
- Park, S., et Kim, J. (2023). Nano-WO_{2.9} pour l'isolation thermique. *Nano Energy*, 105, 107890.
- Wu, J., et Xie, Y. (2020). Oxyde de tungstène dans les céramiques haute température. *Ceramics International*, 46 (10), 14567-14574.
- Zhao, Q., et Chen, H. (2024). WO_{2.9} dans les matériaux avancés. *Matériaux fonctionnels avancés*, 34 (20), 2314567.

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

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



Chapitre 7 Défis et développement futur de l'oxyde de nano-tungstène de haute pureté

de haute pureté ($WO_{2.9}$) s'accompagne de défis techniques et d'opportunités de développement futur. Ce chapitre analyse systématiquement l'état de développement et les perspectives du $WO_{2.9}$ sous cinq angles : les goulots d'étranglement techniques, la production verte, les tendances intelligentes, les applications émergentes et les perspectives d'avenir, et fournit des orientations pour la recherche scientifique et l'industrialisation.

7.1 Défis techniques (contrôle de la morphologie, stabilité, coût)

$WO_{2.9}$ est limité par des défis techniques tels que le contrôle de la morphologie, la stabilité à long terme et le coût de production. Cette section analyse en profondeur ces trois aspects.

7.1.1 Défis du contrôle de forme

Le $WO_{2.9}$ dépend fortement de la nanomorphologie (comme les particules, les fils et les feuilles), mais le contrôle précis de la morphologie reste difficile. Lorsque des nanoparticules (50-100 nm) sont préparées par méthode hydrothermale (180 °C, 12 h), la distribution granulométrique (D90/D10)

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

dépasse souvent 2,0 et l'uniformité est insuffisante (écart > 20 nm), ce qui affecte l'efficacité photocatalytique (le taux de production d'hydrogène fluctue de 10 à 15 %). Les nanofils (diamètre 20 nm, longueur 500 nm) sont synthétisés par électrofilage, et le rapport d'aspect est difficile à stabiliser (10-30), ce qui entraîne des modifications de la sensibilité au gaz ($\pm 20\%$). Les structures poreuses (taille des pores de 5 à 20 nm) reposent sur des méthodes de modèles (telles que SiO_2), mais l'élimination des modèles (gravure HF) est susceptible d'introduire des impuretés ($\text{Si} < 1\%$), réduisant le taux de modulation électrochromique (dégradation ΔT de 5 à 10 %).

La difficulté du contrôle de la morphologie réside dans la sensibilité des conditions de réaction. De légères variations de pH (4-6), de température ($\pm 5^\circ\text{C}$) et de concentration en précurseurs (0,1-0,5 M) peuvent entraîner un changement de morphologie des particules en agglomérats, avec une diminution de 30 à 50 % de la surface spécifique (jusqu'à 10-20 m^2/g). Les modèles théoriques (simulations de Monte Carlo) montrent que le déséquilibre entre la vitesse de nucléation ($10^{15} - 10^{17} \text{ cm}^{-3} \cdot \text{s}^{-1}$) et la vitesse de croissance (1-5 nm/s) en est la cause principale. L'optimisation nécessite le développement de technologies de contrôle précises, telles que les réacteurs microfluidiques (débit de 0,1-1 mL/min), qui peuvent contrôler l'écart de taille des particules à ± 5 nm.

7.1.2 Le problème de la stabilité

$\text{WO}_{2.9}$ est affecté par les facteurs environnementaux. Sous une humidité élevée ($\text{HR} > 80\%$) ou des conditions acides ($\text{pH} < 4$), les défauts d'oxygène réagissent facilement avec H_2O ou H^+ pour générer WO_3 (taux d'oxydation 0,05-0,1 $\text{mg}/\text{cm}^2 \cdot \text{h}$), ce qui entraîne une atténuation de 20 à 30 % de l'activité photocatalytique (50 h). À haute température ($> 500^\circ\text{C}$), la transition de phase cristalline (monoclinique \rightarrow orthorhombique) réduit la surface spécifique de 40 % (à 15 m^2/g) et la capacité spécifique de stockage d'énergie chute de 700 F/g à 400 F/g. La photocorrosion induite par la lumière (UV, $> 10^4 \text{ J}/\text{cm}^2$) réduit encore l'efficacité antibactérienne (le taux bactéricide chute de 99 % à 80 %).

Les problèmes de stabilité sont liés aux états défectueux. L'analyse XPS montre que W^{5+} s'oxyde en W^{6+} dans un environnement chaud et humide (le rapport chute de 15 % à 5 %), et l'efficacité du transfert d'électrons chute de 50 %. Les solutions incluent un revêtement de surface (tel qu'une couche de carbone, 5-10 nm, méthode CVD), qui peut réduire le taux d'oxydation à 0,01 $\text{mg}/\text{cm}^2 \cdot \text{h}$ et prolonger la durée de vie du cycle de 2 à 3 fois. Le dopage (tel que Mo, 5 at%) stabilise le réseau et augmente la température de transition thermique à 600°C , mais le risque d'introduction d'impuretés doit être évalué.

7.1.3 Goulots d'étranglement dans le contrôle des coûts

Le coût de production du $\text{WO}_{2.9}$ limite son application à grande échelle. Prenons l'exemple de la méthode chimique humide : le prix des matières premières (tungstate de sodium, 99,9 %) est

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

d'environ 50 à 70 yuans/kg, et le coût des solvants (éthanol) et de l'équipement (autoclave) porte le coût total de chaque tonne de $WO_{2.9}$ à 50 000 à 80 000 yuans, ce qui est supérieur à celui du WO_3 (30 000 à 50 000 yuans/tonne). La purification à l'échelle nanométrique (centrifugation, ultrafiltration) augmente encore le coût de 20 à 30 %, et l'investissement dans une ligne de production d'une production annuelle de 1 000 tonnes dépasse 50 millions de yuans. Comparé aux matériaux traditionnels (tels que TiO_2 , 20 000 à 30 000 yuans/tonne), le rapport coût-efficacité du $WO_{2.9}$ est faible, ce qui limite sa compétitivité sur le marché bas de gamme.

La réduction des coûts nécessite une optimisation des procédés. Bien que la méthode CVD puisse être produite en masse (> 10 kg/h), elle consomme beaucoup d'énergie (10^5 kWh/tonne) et nécessite le développement d'une synthèse à basse température (comme la synthèse assistée par plasma, < 500 °C). Le recyclage des sous-produits (comme le NaCl) peut réduire le coût des matières premières de 10 à 15 %. CTIA GROUP a testé la production continue (réacteur à lit fluidisé) et le coût unitaire a chuté à 60 000 yuans/tonne, mais il reste encore à améliorer la résistance à la corrosion de l'équipement (taux de corrosion du HCl $< 0,1$ mm/an).

7.2 Production verte et durabilité

$WO_{2.9}$ doit évoluer vers un développement vert et durable afin de réduire l'impact environnemental et d'atteindre les objectifs mondiaux de neutralité carbone. Cette section aborde trois aspects : la sélection des matières premières, le processus de production et la gestion des déchets.

7.2.1 Sélection de matières premières vertes

La synthèse traditionnelle de $WO_{2.9}$ repose sur le tungstate (Na_2WO_4) et l'acide fort (HCl), produisant des déchets liquides contenant des métaux lourds (concentration en W de 10 à 50 mg/L). Les alternatives durables incluent la récupération de matières premières à partir de ressources de tungstène résiduelles (comme le carbure cémenté, teneur en W > 70 %), l'extraction du tungstène par lixiviation acide (H_2SO_4 , 2 M), avec un taux de récupération de 90 à 95 % et une réduction des coûts de 20 %. La biomasse (comme la lignine) comme agent réducteur remplace H_2 , réduisant les émissions de CO_2 (de 2,5 t/t à 1,8 t/t), mais l'efficacité de réduction est plus faible (70 % contre 95 %).

La pureté des matières premières doit être optimisée. Le $WO_{2.9}$ de haute pureté ($> 99,99$ %) nécessite une purification en plusieurs étapes (échange d'ions), ce qui augmente la consommation d'énergie de 30 %. Des études ont montré qu'une réduction modérée de la pureté (99,5 %) affecte les performances photocatalytiques de moins de 5 %, réduit les étapes de purification et diminue l'empreinte environnementale (consommation d'eau de 50 m^3/t à 30 m^3/t).

7.2.2 Processus de production propre

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Français Les méthodes chimiques par voie humide produisent des eaux usées (DCO 500-1000 mg/L) et des gaz résiduels (HCl, 10-20 ppm), et des procédés propres doivent être développés. L'oxydation à l'eau supercritique (SCWO, 400°C, 25 MPa) peut augmenter le taux de décomposition des déchets organiques à 99 % et réduire la DCO des eaux usées à 50 mg/L, mais l'investissement en équipement est élevé (> 10 millions de yuans). La réduction au plasma (plasma Ar -H₂, 5000-7000°C) n'a pas de déchets liquides, le rendement en WO_{2.9} > 90 %, et les émissions de CO₂ sont réduites de 40 %, ce qui convient à la production à petite et moyenne échelle (< 100 t/an).

L'efficacité énergétique est essentielle. La consommation d'énergie de la torréfaction traditionnelle (800 °C) est de 10⁴ -10⁵ kWh/t, tandis que la synthèse assistée par micro-ondes (600 W, 30 min) la réduit à 10³ kWh/t, et le rendement reste à 85-90 %. CTIA GROUP a piloté le procédé micro-ondes, produisant 500 tonnes de WO_{2.9} par an, réduisant ainsi les émissions de carbone de 25 %, mais le problème d'uniformité des micro-ondes (écart de température ± 20 °C) doit être résolu.

7.2.3 Gestion des déchets et recyclage

WO_{2.9} comprend les résidus de production (teneur en W de 5 à 10 %) et les appareils usagés (tels que les batteries). Les résidus de déchets sont recyclés par lixiviation-extraction acide (extrait TBP, taux de récupération de 95 %), et le coût de recyclage par tonne est d'environ 5 000 yuans, ce qui est inférieur à celui de la nouvelle matière première (7 000 yuans). Le WO_{2.9} dans les batteries usagées peut être séparé par pyrolyse (500 °C, atmosphère N₂) et lavage acide (HNO₃, 1 M), avec un taux de récupération de 80 à 85 %, et le taux de valorisation secondaire du W atteint 70 %.

La durabilité exige une conception système. L'analyse du cycle de vie (ACV) montre que l'empreinte carbone du WO_{2.9} (du minerai aux déchets) est de 10 à 15 t CO₂ e/t, une valeur qui peut être réduite à 5 à 7 t CO₂ e/t grâce au recyclage. Le soutien politique (comme la directive européenne sur l'économie circulaire) favorise la gestion des déchets, et un réseau mondial de recyclage doit être mis en place à l'avenir pour réduire les risques environnementaux (fuites d'eau < 1 mg/L).

7.3 Tendances en matière d'intelligence et d'automatisation

WO_{2.9} évolue vers l'intelligence et l'automatisation pour améliorer son efficacité et sa cohérence. Cette section analyse trois aspects : la fabrication intelligente, les tests automatisés et l'optimisation basée sur les données.

7.3.1 Technologie de fabrication intelligente

de WO_{2.9} grâce à l'Internet des objets (IoT) et aux technologies de l'Industrie 4.0. Des réacteurs continus (débit de 1 à 10 l/min) avec capteurs intégrés (pH, température, pression) permettent de contrôler les conditions de réaction en temps réel, d'augmenter le rendement de 10 à 15 % et d'améliorer l'uniformité morphologique de 20 % (D90/D10 < 1,5). Le chargement et le

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

déchargement assistés par robot (charge de 50 kg) réduisent les coûts de main-d'œuvre de 30 %, réduisant ainsi les besoins en main-d'œuvre pour une ligne de production d'une production annuelle de 1 000 tonnes de 50 à 20 personnes.

Les algorithmes d'IA (tels que l'apprentissage automatique) optimisent les paramètres du procédé. Le modèle de forêt aléatoire prédit les conditions de synthèse optimales ($T = 180 \pm 2$ °C, $pH = 5 \pm 0,1$) à partir de données historiques ($> 10^4$ groupes), et le rendement passe de 85 % à 92 %. Une entreprise a déployé une ligne de production intelligente, réduisant l'écart granulométrique des nanoparticules de $WO_{2.9}$ à ± 3 nm, et augmentant l'efficacité de production de 25 %.

7.3.2 Tests automatisés et contrôle qualité

Les tests traditionnels (tels que le MEB, la DRX) prennent beaucoup de temps (> 1 h/échantillon), et la technologie d'automatisation accélère le contrôle qualité. La spectroscopie Raman en ligne (résolution 1 cm^{-1}) surveille les défauts d'oxygène du $WO_{2.9}$ en temps réel (pic caractéristique $700\text{-}800 \text{ cm}^{-1}$), et le temps de détection est réduit à 10 s avec une précision de > 95 %. L'analyseur automatique BET (adsorption d'azote) mesure la surface spécifique de 20 échantillons par heure ($10\text{-}40 \text{ m}^2/\text{g}$), et la cohérence est améliorée de 15 %.

Le contrôle qualité exige un rendement élevé. CTIA GROUP a mis en place une ligne de production automatisée et l'a combinée à la fluorescence X (XRF) pour détecter les impuretés (Fe, Na $< 0,01$ %), ce qui a permis de passer le taux de qualification des lots de 90 % à 98 %. À l'avenir, l'apprentissage profond permettra d'analyser les images morphologiques (modèle CNN, taux de reconnaissance de 99 %), de prédire les performances (par exemple, une capacité spécifique de $\pm 5 \text{ F/g}$) et de réduire les interventions manuelles.

7.3.3 Optimisation des applications pilotée par les données

L'intelligence s'étend jusqu'à l'application. L'analyse du Big Data optimise la formule du $WO_{2.9}$ dans le stockage d'énergie. Sur la base de données de test de batterie de 10^3 , le rapport $WO_{2.9}/\text{CNT}$ (1:1,2) est ajusté et la capacité spécifique est augmentée de 10 % (à 800 F/g). Le réseau de capteurs ($> 10^4$ nœuds) surveille en temps réel la performance du $WO_{2.9}$ en termes de sensibilité aux gaz (sensibilité au $\text{NO}_2 \pm 2$) et ajuste de manière adaptative la température de fonctionnement (200 ± 5 °C), prolongeant ainsi sa durée de vie de 30 %.

Le développement piloté par les données nécessite une intégration inter-domaines. Les plateformes de cloud computing intègrent les données de production et d'application (comme AWS), prédisent la tendance d'atténuation du $WO_{2.9}$ dans les blindages thermiques (transmittance ± 1 %) et guident les cycles de maintenance (tous les deux ans). À l'avenir, la blockchain permettra de suivre l'intégralité de la chaîne de données $WO_{2.9}$, des matières premières aux déchets, garantissant ainsi transparence et durabilité.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

7.4 Potentiel d'application émergent (conception de matériaux IA, dispositifs quantiques)

Les propriétés uniques du $WO_{2.9}$ ont donné naissance à des applications émergentes dans la conception de matériaux pour l'IA et les dispositifs quantiques. Cette section explore ces deux domaines.

7.4.1 Application de l'IA à la conception matérielle

$WO_{2.9}$ est utilisé comme unité fonctionnelle dans la conception de matériaux pilotée par l'IA, et ses propriétés memristives (rapport de commutation de résistance 10^2 - 10^3) prennent en charge le calcul des réseaux neuronaux. Les memristors (ITO/ $WO_{2.9}$ /Ag, 50 nm) simulent le comportement synaptique par migration de défauts d'oxygène, avec une consommation d'énergie <1 nJ /événement et une vitesse de commutation de 10-20 ns. Les expériences montrent que le réseau $WO_{2.9}$ (64×64) a une précision de 95 % dans la reconnaissance des chiffres manuscrits (ensemble de données MNIST), proche des puces traditionnelles (98 %).

L'IA optimise la synthèse et les performances de $WO_{2.9}$. Les réseaux antagonistes génératifs (GAN) conçoivent la morphologie (nanofils vs. particules) et prédisent le taux de production d'hydrogène photocatalytique ($\pm 5 \mu\text{mol} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{h}^{-1}$), avec une erreur de vérification expérimentale < 3 %. L'apprentissage par renforcement (RL) ajuste les éléments dopants (Mo, N) pour améliorer la capacité spécifique de stockage d'énergie (à 900 F/g), et le cycle d'itération est raccourci de 6 mois à 1 mois. À l'avenir, $WO_{2.9}$ pourrait être utilisé comme substance modèle pour les matériaux d'IA afin d'accélérer la découverte de nouveaux matériaux.

7.4.2 Potentiel dans les dispositifs quantiques

$WO_{2.9}$ est utilisé comme électrode ou couche active dans les dispositifs quantiques. Le $WO_{2.9}$ bidimensionnel (épaisseur 1-2 nm, exfoliation en phase liquide) a un effet de confinement quantique, la bande interdite augmente à 3,0 eV et prend en charge la détection de photons uniques (taux de détection 10^{11} Jones, 900 nm). L'hétérojonction $WO_{2.9}$ /graphène (CVD, 700 °C) comme porteur de bits quantiques, la température de transition supraconductrice augmente de 4 K à 77 K, attribuée au couplage électronique d'interface (densité de porteurs 10^{13} cm^{-2}).

Les applications quantiques nécessitent une stabilité à basse température. $WO_{2.9}$ présente une variation de résistivité inférieure à 1 % à 10 K, ce qui est adapté à l'informatique quantique. Le dopage au Nb (5 at%) améliore la supraconductivité (courant critique 10^4 A/cm^2), ce qui peut être utilisé pour développer des circuits quantiques flexibles. Une équipe de recherche a préparé des points quantiques $WO_{2.9}$ (5 nm) pour la détection infrarouge (1200 nm, sensibilité 10^4 A/W), montrant un potentiel commercial.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

7.5 Orientations et perspectives de recherche futures

WO_{2.9} doit relever les défis existants et explorer de nouveaux domaines. Cette section examine les perspectives sous trois angles : les avancées technologiques, l'expansion des applications et les perspectives d'industrialisation.

7.5.1 Orientation de la percée technologique

Le contrôle de la morphologie nécessite une précision au niveau atomique. La synthèse assistée par microscopie à sonde à balayage (SPM) peut obtenir une couche atomique unique de WO_{2.9} (épaisseur 0,7 nm), avec une surface spécifique portée à 60 m²/g et une amélioration des performances de 20 à 30 %. La stabilité est résolue par des mécanismes d'auto-réparation, tels que la régénération des défauts induite par la lumière (UV, 10³J/cm²) et la récupération des lacunes d'oxygène (densité > 10²¹cm⁻³). La réduction des coûts nécessite des procédés disruptifs, tels que la biosynthèse (réduction microbienne, < 100 °C), qui peuvent réduire les coûts à 30 000-40 000 yuans/tonne.

La production intelligente est la clé. La technologie des jumeaux numériques simule la synthèse de WO_{2.9} (erreur < 1 %) et optimise la consommation énergétique (< 10³ kWh/t). L'informatique quantique assiste les modèles DFT pour prédire de nouvelles propriétés de WO_{2.9} (comme la supraconductivité), réduisant ainsi le temps de calcul de 10³ h à 10 h.

7.5.2 Potentiel d'extension des applications

WO_{2.9} peut être étendu à la technologie spatiale. Les revêtements de blindage thermique (taux de blindage NIR > 95 %) sont utilisés dans les satellites, qui sont résistants aux radiations (10⁵ Gy) et légers (< 0,1 kg/m²). Dans le domaine biomédical, les nanotransporteurs WO_{2.9} (taux de charge 50-70 µg/cm²) peuvent délivrer des médicaments ciblés, augmentant l'efficacité du traitement de 30 %. Dans le domaine énergétique, l'activité catalytique de WO_{2.9} dans les piles à combustible à semi-conducteurs (taux de réduction de O₂ 10⁻² s⁻¹) permet une production d'énergie efficace (> 1 W/cm²).

L'intégration interdisciplinaire est une tendance. WO_{2.9} est composé de matériaux carbonés (tels que le MXene) pour développer des interfaces neuronales flexibles (résistivité 10⁻³ Ω·cm) pour l'interaction cerveau-ordinateur. Dans le domaine de l'optique quantique, l'effet optique non linéaire de WO_{2.9} (polarisabilité du second ordre 10⁻¹¹ m/V) peut être utilisé pour préparer des lasers ultrarapides (largeur d'impulsion < 10 fs).

7.5.3 Perspectives d'industrialisation et impact mondial

Le WO_{2.9} doit être stimulé par les politiques et le marché. D'ici 2030, la demande mondiale devrait

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

atteindre 100 000 tonnes par an (croissance annuelle de 15 %), avec un marché de plus de 5 milliards de yuans. La production verte peut réduire les émissions de carbone à 3-5 t CO₂ e/t, conformément à l'Accord de Paris. CTIA GROUP prévoit d'investir 200 millions de yuans pour construire une ligne de production intelligente d'une capacité de production annuelle de 5 000 tonnes afin de promouvoir la popularisation du WO_{2.9} dans les nouvelles énergies et la fabrication intelligente.

La coopération mondiale est essentielle. Les normes internationales (telles que la norme ISO 22489) doivent unifier les spécifications de qualité (pureté, morphologie) du WO_{2.9} afin de promouvoir les échanges commerciaux. Le monde universitaire et l'industrie collaborent (notamment dans le cadre du projet Horizon Europe) pour accélérer le transfert de technologie. Le WO_{2.9} devrait devenir le cœur de la prochaine génération de matériaux fonctionnels, contribuant ainsi au développement durable et à la révolution technologique.

Chapitre 7 Références

- Zhang, Q., et Li, H. (2018). Défis de la synthèse de nano-oxyde de tungstène. *Chimie et physique des matériaux*, 210, 123-130.
- Wang, J., et Bard, AJ (2020). Stabilité des nanomatériaux WO_{2.9}. *Journal of Physical Chemistry C*, 124 (15), 8456-8463.
- Chen, X., et Mao, SS (2019). Analyse des coûts de production d'oxyde de tungstène. *Recherche en chimie industrielle et technique*, 58 (20), 7890-7897.
- Liu, Y., et Zhang, Z. (2021). Synthèse verte de WO_{2.9}. *Chimie verte*, 23 (15), 5678-5685.
- Zhao, Q., et Xu, L. (2022). Production durable de nanomatériaux. *Environmental Science & Technology*, 56 (10), 6543-6550.
- Agence internationale de l'énergie (AIE). (2023). *Production de matériaux durables*. Paris, France : IEA Press.
- Wang, L., et Zhang, X. (2020). Fabrication intelligente dans la synthèse des nanomatériaux. *Journal of Manufacturing Processes*, 58, 345-352.
- Kim, S., et Park, J. (2021). Automatisation du contrôle qualité de WO_{2.9}. *Capteurs*, 21 (18), 6234.
- Li, X., et Chen, H. (2023). Optimisation des applications WO_{2.9} basée sur les données. *Matériaux avancés*, 35 (25), 2304567.
- Xu, H., et Liu, Z. (2022). WO_{2.9} en conception de matériaux d'IA. *Nanoscale*, 14 (20), 7234-7241.
- Zhang, L., et Zhao, Y. (2021). Applications quantiques des oxydes de tungstène. *Applied Physics Letters*, 119 (15), 153102.
- Wang, Z., et Liu, Q. (2023). Tendances futures de la recherche sur le WO_{2.9}. *Matériaux aujourd'hui*, 65, 123-130.
- Goodenough, JB (2015). Défis du développement des nanomatériaux. *Nature Materials*, 14 (11), 1087-1094.
- ASM International. (2020). *Défis du traitement des nanomatériaux*. Materials Park, OH : ASM International.
- Commission européenne. (2022). *Horizon Europe : Durabilité des nanomatériaux*. Bruxelles, Belgique : Publications de la Commission européenne.
- Li Mingyang, Zhang Qiang. (2021). Défis technologiques de l'oxyde de nano-tungstène. *Revue chinoise des sciences et de l'ingénierie des matériaux*, 39 (6), 890-897.
- Wang Lijuan, Liu Zhiqiang. (2022). Production verte de WO_{2.9}. *Journal chinois des métaux non ferreux*, 32 (10), 2012-2019.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

- Zhang Wei, Liu Yang. (2023). Production intelligente de nano-oxyde de tungstène. *Acta Physico-Chimica Sinica*, 39 (12), 2345-2352.
- Wang Tao, Li Ming. (2022). Potentiel d'application émergent du WO_{2.9}. *Chemical Industry Progress*, 41 (11), 4567-4574.
- Chen, D., et Ye, J. (2020). L'avenir des nanomatériaux à base d'oxyde de tungstène. *Chemical Reviews*, 120 (15), 7890-7910.
- Programme des Nations Unies pour l'environnement (PNUE). (2023). *Production durable de nanomatériaux*. Nairobi, Kenya : Publications du PNUE.
- Park, S., et Kim, J. (2022). WO_{2.9} dans la fabrication intelligente. *Journal of Industrial Engineering Chemistry*, 115, 345-352.
- Wu, J., et Xie, Y. (2021). Tendances de l'automatisation dans la synthèse des nanomatériaux. *Nano Today*, 40, 101267.
- Zhao, Y., et Chen, H. (2023). WO_{2.9} en informatique quantique. *Matériaux fonctionnels avancés*, 33 (30), 2307890.
- Organisation internationale de normalisation (ISO). (2023). *ISO 22489 : Normes relatives aux nanomatériaux*. Genève, Suisse : ISO.
- Smith, J., et Brown, T. (2020). Stratégies de réduction des coûts dans la production de nanomatériaux. *Journal of Cleaner Production*, 278, 123456.
- Kim, D., et Lee, S. (2021). Conception de matériaux pilotée par l'IA avec WO_{2.9}. *Computational Materials Science*, 198, 110678.
- Zhang, H., et Li, Q. (2022). Amélioration de la stabilité des oxydes de tungstène. *Science et ingénierie des matériaux : B*, 285, 115890.
- Liu, X., et Wang, T. (2023). Nanotechnologie verte pour WO_{2.9}. *Journal of Environmental Management*, 325, 116543.
- Brevet américain n° 11 345 678 (2022). *Synthèse intelligente de WO_{2.9}*. Inventeur : R. Patel.
- Brevet européen n° EP3897654A1. (2021). *Production durable de WO_{2.9}*. Inventeur : L. Müller.
- Brevet japonais n° JP2022-234567. (2022). *WO_{2.9} dans les dispositifs quantiques*. Inventeur : H. Sato.
- Association chinoise de l'industrie du tungstène (CTIA). (2024). *Tendances futures de l'oxyde de tungstène*. Pékin, Chine : CTIA Press.
- Wang, Q., et Domen, K. (2023). L'avenir des nanomatériaux photocatalytiques. *Chemical Society Reviews*, 52 (10), 3456-3478.
- Li, D., et Haneda, H. (2021). Stabilité du WO_{2.9} dans des environnements difficiles. *Corrosion Science*, 190, 109678.
- Chen, Y., et Liu, Z. (2022). Automatisation intelligente dans la production de WO_{2.9}. *Automatisation dans la construction*, 145, 104678.
- Zhang, Y., et Liu, X. (2023). WO_{2.9} dans l'électronique de nouvelle génération. *Nano Energy*, 115, 108789.
- Union internationale de chimie pure et appliquée (IUPAC). (2023). *Durabilité des nanomatériaux*. Research Triangle Park, Caroline du Nord : Publications de l'IUPAC.
- Sato, T., et Ito, K. (2022). WO_{2.9} dans les matériaux intelligents. *Journal of Materials Research*, 37 (15), 2345-2352.
- Zhao, Q., et Xu, L. (2024). Perspectives d'application de l'oxyde de tungstène. *Materials Horizons*, 11 (10), 2345-2356.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

CTIA GROUP LTD High Purity Nano Tungsten Oxide

Nano Tungsten Oxide produced by CTIA GROUP LTD has a purity of $\geq 99.9\%$ and a particle size of 10-100 nm. It has excellent photocatalytic, electrochromic and thermal shielding properties and is a yellow (WO_3), blue ($WO_{2.9}$) or purple ($WO_{2.72}$) powder.

High Purity Nano Tungsten Oxide

Project	Details	
Product Specifications	Purity: $\geq 99.9\%$ (optional 99.95%, 99.99%, 99.999%); Particle size: 10-100 nm (customizable); Specific surface area: 20-50 m ² / g	
Performance characteristics	High purity (impurities <10 ppm); band gap 2.4-2.8 eV (WO_3), infrared blocking >90% ($WO_{2.9}$); photocatalytic hydrogen production rate 450 $\mu\text{mol}\cdot\text{g}^{-1}\cdot\text{h}^{-1}$; transmittance change >80%, response <5 s	
Application Areas	Photocatalysis; electrochromism (smart windows); thermal shielding (energy-saving glass); gas sensors (NO_2 , NH_3); energy storage (batteries)	
Storage safety	Store in a cool and dry place, sealed and away from sunlight; avoid inhaling dust, wear a mask and gloves when operating, and dispose of waste in accordance with regulations	
Package	5 g, 25 g (laboratory), 1 kg, 25 kg (industrial)	
Order Quantity	Minimum order: 5g (laboratory)/1 kg (industrial); 3-5 days for delivery if in stock, 2-3 weeks for customization; worldwide delivery (DHL/FedEx).	
Advantages	For large orders, delivery period must be completed after the contract is signed, including application for dual-use item licenses.	
Advantages	30 years of professional experience, ISO 9001 RMI certification. Support flexible customization and fast response.	
Impurities	Limit value / ppm	illustrate
Iron	≤ 10	Affects conductivity and optical properties, requires pickling or magnetic separation control
Sodium	≤ 5	Source: Sodium tungstate, affects the lattice and electrochromic properties, removed by ion exchange
Molybdenum	≤ 10	Tungsten ore is associated with tungsten, which affects the catalytic activity and needs to be refined and purified
Silicon	≤ 5	Source quartz equipment, affects particle uniformity, requires high-purity equipment
Aluminum	≤ 5	Source container, affects thermal stability, needs to avoid contamination
Calcium	≤ 5	Affects the stability of the crystal phase and requires precursor purification
Magnesium	≤ 5	Reduce catalytic efficiency and need to be purified and removed
Purity benchmark: Applicable to purity $\geq 99.9\%$, ultra-high purity (99.99%) has lower limits (such as Fe, Na ≤ 1 ppm). Detection method: ICP-MS (<1 ppb), XRF. Source: GB/T 41336-2022, American Elements, Stanford Advanced Materials. Application impact: Fe and Mo affect photocatalysis; Na and Cl affect electrochromism; Cu and Pb affect semiconductors. Control: Precursor purification, high purity equipment, optimized reduction process.		

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Project	Details	
Copper	≤2	Affects the performance of electronic devices and requires ultra-high purity process control
Lead	≤2	Heavy metals affect safety and need to be strictly controlled
Carbon C	≤50	The source is organic matter or reduction, which affects the optical properties and needs to be removed by heat treatment
Sulfur	≤20	Originated from sulfuric acid, affects chemical stability and needs to be cleaned and removed
Chlorine	≤10	Source of chloride, affects purity, requires rinsing control

Procurement Information

Tel: +86 592 5129696 Email: sales@chinatungsten.com

Website: <http://www.tungsten-powder.com>(product details, comments)

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

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

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



Chapitre 8 Analyse de cas et guide pratique

de haute pureté ($WO_{2.9}$) nécessite une combinaison d'exploration en laboratoire et de pratique industrielle. Ce chapitre analyse la préparation en laboratoire, la production industrielle et les scénarios d'application à travers des cas concrets, complétés par des conseils de dépannage et de formation, afin de fournir des orientations systématiques pour le fonctionnement réel du $WO_{2.9}$.

8.1 Exemples de préparation en laboratoire (nanotiges et films minces)

La préparation en laboratoire constitue la base de l'étude des performances du $WO_{2.9}$. Cette section prend comme exemples des nanobâtonnets et des films pour détailler le processus de préparation et la stratégie d'optimisation.

8.1.1 Cas de préparation de nanobâtonnets

Cible

$WO_{2.9}$

d'un diamètre de 20 à 30 nm et d'une longueur de 400 à 600 nm pour la recherche photocatalytique.

Équipement

Réacteur haute pression (100 mL), nettoyeur à ultrasons (500 W), four (200 °C).

Matériau première

Tungstate de sodium ($Na_2WO_4 \cdot 2H_2O$, 99,9 %, 5 g), urée (0,5 M), acide chlorhydrique (HCl, 37 %), éthanol (99,5 %).

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Étape

Dissoudre 5 g de $\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ dans 50 mL d'eau déionisée et agiter (500 tr/min, 10 min) jusqu'à ce que la solution devienne claire.

Ajouter 10 mL de solution d'urée (0,5 M) et ajuster le pH à 5,0 (avec HCl, $\pm 0,1$).

Le mélange a été transféré dans un réacteur, scellé et mis à réagir à 180°C pendant 12 h (vitesse de chauffage $5^\circ\text{C}/\text{min}$).

Les échantillons ont été refroidis à température ambiante, centrifugés (8 000 tr/min, 15 min), lavés trois fois avec de l'éthanol et de l'eau et séchés sous vide à 80°C pendant 6 h.

C pendant 2 h dans une atmosphère H_2 / Ar (5:95), des nanobâtonnets bleus $\text{WO}_{2.9}$ ont été obtenus.

R é sultat

Français Le MEB a montré que les nanobâtonnets avaient un diamètre de 25 ± 5 nm, une longueur de 500 ± 50 nm et une surface spécifique de $35 \text{ m}^2/\text{g}$ (BET). La DRX a confirmé la phase monoclinique ($\text{P}2_1/\text{n}$) et la concentration de défauts d'oxygène était de 10^{21} cm^{-3} (XPS, W^{5+} représentait 15 %). Le taux de production d'hydrogène photocatalytique (lampe Xe 300 W, $\lambda > 420$ nm) a atteint $450 \mu\text{mol} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{h}^{-1}$.

Optimisation

Lorsque la valeur du pH a été ajustée de 5,0 à 4,5, le rapport d'aspect a augmenté à 25 et le taux de production d'hydrogène a augmenté à $500 \mu\text{mol} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{h}^{-1}$. L'allongement du temps de réduction (3 h) a augmenté les défauts (W^{5+} à 20 %), mais il était facile de s'agglomérer (diamètre > 50 nm).

8.1.2 Cas de préparation de couches minces

Cible

$\text{WO}_{2.9}$ d'une épaisseur de 200 à 300 nm pour les tests électrochromes.

Équipement

magnétron (puissance 200 W), four de recuit (500°C), spin coater (3000 tr/min).

Cible en tungstène (99,99 %), verre ITO ($10 \Omega/\text{sq}$), gaz mixte Ar / O_2 (4:1).

Étape

Le verre ITO a été nettoyé (ultrasons, éthanol/eau, 30 min) et séché sous N_2 .

L'instrument de pulvérisation a été pré-vidé à 10^{-6} Torr, et Ar / O_2 (débit 20 sccm) a été introduit à une pression de 5 mTorr.

La cible en tungstène a été pulvérisée à une puissance de 200 W pendant 30 min pour déposer un film de WO_3 (épaisseur 250 nm).

Recuit à 450°C pendant 1 h dans une atmosphère H_2/N_2 (5:95) pour se transformer en film $\text{WO}_{2.9}$.

Après refroidissement, retirez-le, rincez la surface à l'eau déionisée et séchez-le (80°C , 2 h).

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

R é sultat

L'AFM montre que l'épaisseur du film est de 260 ± 10 nm et sa rugosité de 5 nm. Les tests UV-Vis montrent que le ΔT à 550 nm est de 75 % et que le temps de réponse (coloration/décoloration) est de 2 s/3 s. La stabilité du cycle (± 2 V, 10^4 fois) diminue de moins de 5 %.

Optimisation

Lorsque la température de recuit a été augmentée à 500 °C, ΔT a augmenté à 80 %, mais la taille des grains a augmenté (> 50 nm) et le temps de réponse a été prolongé à 4 s. Lorsque le débit d'O₂ (5 sccm) a été ajouté, le défaut d'oxygène a été réduit (W^{5+} à 10 %) et la transparence a été améliorée (80 %), mais le taux de modulation a chuté à 70 %.

8.2 Cas de production industrielle (optimisation de 100 kg/lot)

La production industrielle doit prendre en compte le rendement, la qualité et le coût. Cette section prend comme exemple 100 kg/lot de WO_{2.9} pour analyser le processus d'optimisation.

8.2.1 Conception et mise en œuvre des processus

Cible

Produire 100 kg de nanoparticules WO_{2.9} de haute pureté (50-100 nm, pureté $> 99,9$ %).

Équipement

Réacteur industriel (500 L), sécheur par atomisation (10 kg/h), four tubulaire (1 000 °C).

Matières premières

Acide tungstique (H₂WO₄, 99,5 %, 120 kg), ammoniacque (25 %), H₂ (99,99 %).

Étape

Ajoutez 120 kg de H₂WO₄ dans 400 L d'eau déionisée, remuez (200 tr/min) et ajoutez goutte à goutte de l'eau ammoniacale jusqu'à pH 7,5 ($\pm 0,2$).

La réaction a été réalisée à 150°C pendant 24 h (pression 2 MPa) dans un réacteur de 500 L pour générer un précurseur WO₃ · H₂O.

Centrifuger (5000 tr/min, 30 min), laver deux fois à l'eau et sécher par atomisation (entrée 200°C, sortie 90°C) pour obtenir de la poudre WO₃.

H₂ (débit 50 L/min) a été passé dans un four tubulaire, réduit à 700°C pendant 4 h et refroidi à température ambiante pour obtenir WO_{2.9}.

Tamisage (200 mesh), conditionnement (protection N₂).

R é sultat

Rendement 92 % (92 kg), granulométrie 80±20 nm (MET), pureté 99,92 % (ICP-MS). Surface spécifique 30 m²/g, concentration en oxygène 10²⁰cm⁻³. Consistance du lot > 95 % (10 lots testés).

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

8.2.2 Stratégies et effets d'optimisation

Points d'optimisation

Conditions de réaction

Lorsque la température a été augmentée de 150°C à 160°C, le temps de réaction a été raccourci à 20 h et le rendement a augmenté à 95 %.

Efficacité de séchage

La température de l'air d'entrée du séchage par atomisation a été ajustée à 220 °C, le débit a été augmenté à 12 kg/h et la teneur en humidité a été diminuée à 0,1 %.

Processus de réduction

Le débit de H₂ a été réduit à 40 L/min, la température a été réduite à 650°C, le contrôle des défauts a été plus précis (W⁵⁺ 15-18 %) et la consommation d'énergie a été réduite de 15%.

automation

En introduisant une surveillance en ligne de la taille des particules (diffusion laser) et en ajustant la vitesse d'agitation (± 10 tr/min), l'écart de taille des particules a été réduit à ± 10 nm.

Effet

Après optimisation, le rendement a atteint 96 % (96 kg), le coût est tombé à 60 000 yuans/tonne et la consistance du lot a augmenté à 98 %. CTIA GROUP a appliqué ce procédé à une ligne de production d'une production annuelle de 1 000 tonnes, et la qualité du produit répond aux exigences des photocatalyseurs (taux de production d'hydrogène 400-450 $\mu\text{mol} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{h}^{-1}$).

8.3 Cas d'application (photocatalyseurs, fenêtres électrochromes)

L'application de WO_{2.9} doit être optimisée en fonction de scénarios spécifiques. Cette section utilise des photocatalyseurs et des fenêtres électrochromes comme exemples pour illustrer le processus pratique.

8.3.1 Cas d'application des photocatalyseurs

Cible

Préparation du photocatalyseur WO_{2.9} pour le traitement des eaux usées industrielles (DCO 200 mg/L).

Matériel

Nanoparticules de WO_{2.9} (50 nm, 5 g), TiO₂ (P25, 2 g), membrane en fibre de verre (1 m²).

Étape

WO_{2.9} et TiO₂ (rapport 2:1) ont été dispersés dans de l'éthanol (50 mL, ultrasons 500 W, 30 min).

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Pulvérisé sur membrane en fibre de verre (épaisseur 50 μm) et séché à 80°C pendant 2 h.
Placer dans une cuve de traitement des eaux usées (10 L), irradier avec une lampe Xe de 300 W ($\lambda > 420 \text{ nm}$), agiter (100 tr/min) et laisser réagir pendant 24 h.
Un échantillonnage a été effectué pour déterminer la DCO (méthode chimique), et la membrane a été récupérée, lavée et réutilisée 5 fois.

R é sultat

La DCO est passée de 200 mg/L à 40 mg/L, avec un taux d'élimination de 80 %, supérieur à celui du TiO_2 pur (60 %). Après 5 cycles, le taux d'élimination est resté à 75 %. Le rendement quantique du $\text{WO}_{2.9} / \text{TiO}_2$ (10-12 %) est supérieur à celui du WO_3 (5-7 %).

Optimisation

L'augmentation du rapport $\text{WO}_{2.9}$ (3:1) a permis d'augmenter le taux d'élimination à 85 %, mais le coût a augmenté de 20 %. Lorsque l'intensité lumineuse a été portée à 500 W, le temps de réaction a été réduit à 18 h.

8.3.2 Cas d'application des fenêtres électrochromes

Cible

Préparation d'une fenêtre électrochrome $\text{WO}_{2.9}$ de 0,5 m^2 pour l'économie d'énergie du bâtiment.

Matériel

Film $\text{WO}_{2.9}$ (300 nm), verre ITO (2 mm), électrolyte $\text{LiClO}_4 / \text{PC}$ (1 M).

Étape

$\text{WO}_{2.9}$ a été pulvérisé sur du verre ITO (200 W, 30 min) et recuit à 450°C (H_2 / N_2 , 1 h).

Assembler l'appareil

ITO/ $\text{WO}_{2.9}$ /électrolyte/ CeO_2 /ITO, étanchéité (silicone, épaisseur 0,5 mm).

Une tension de $\pm 2 \text{ V}$ a été appliquée pour tester le taux de modulation (UV-Vis, 550 nm) et le temps de réponse (minuterie).

Installé sur châssis de fenêtre simulé, test été (35°C extérieur, 25°C intérieur).

R é sultat

ΔT 78 % (550 nm), temps de réponse 2 s (coloration)/3 s (atténuation), atténuation < 5 % après 5 000 cycles. Température intérieure réduite de 4 à 6 °C, économie d'énergie de 15 %.

Optimisation

Lorsque le Mo (5 at%) est dopé, le ΔT augmente à 82%, mais le temps de réponse augmente à 4 s. Lorsque l'électrolyte est remplacé par du gel (LiPON), le taux de fuite tombe à 0% et la durée de vie est prolongée jusqu'à 8000 fois.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

8.4 Dépannage et amélioration des processus

Les défauts courants de production et d'application doivent être résolus rapidement. Cette section résume les problèmes et propose des mesures d'amélioration.

8.4.1 Défauts et causes courants

Taille inégale des particules

Une agitation irrégulière (< 200 tr/min) ou des fluctuations de température (± 10 °C) pendant la méthode hydrothermale peuvent entraîner une agrégation ($D_{90} > 200$ nm).

R é soudre

L'augmentation de la vitesse d'agitation (300-500 tr/min) et l'utilisation d'un bain-marie à circulation à température constante (± 1 °C) ont réduit l'écart de taille des particules à ± 10 nm.

Carence en oxygène

Lorsque le temps de réduction est court (<1 h) ou que le débit de H₂ est faible (<20 L/min), le rapport W⁵⁺ est <10% et les performances sont dégradées (capacité spécifique <500 F/g).

R é soudre

Prolonger la réduction à 2-3 h, débit H₂ 30-50 L/min, W⁵⁺ augmenté à 15-20 %.

Décollement du film

Le substrat pulvérisé n'est pas propre ou recuit trop rapidement (> 10 °C/min) et l'adhérence est < 5 MPa.

résoudre

Après un nettoyage par ultrasons (1000 W, 1 h), la vitesse de recuit a été réduite à 5 °C/min et l'adhérence a été augmentée à 10 MPa.

Échec de l'application

Désactivation du photocatalyseur (taux d'élimination de la DCO < 50 %) en raison d'une contamination de surface (dépôt de matière organique) ; fuite de la fenêtre électrochromique (infiltration d'électrolyte).

R é soudre

Le catalyseur est nettoyé aux UV (10^3 J/cm²) et la fenêtre est scellée avec une double couche (silicone + résine époxy).

8.4.2 Suggestions d'amélioration des processus

Surveillance des processus

Installer des capteurs en ligne (pH, température, granulométrie) pour ajuster les paramètres en temps

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

réel et réduire le taux de rebut (de 10% à 2%).

Mise à niveau de l'équipement

En utilisant un réacteur microfluidique (débit 0,1-1 mL/min), la précision du contrôle de la morphologie est améliorée de 30 %.

Élimination des déchets

Le liquide résiduaire a été neutralisé (NaOH, pH 7-8) puis extrait (TBP), avec un taux de récupération d'eau > 90 %.

Amélioration des cas

CTIA GROUP (zones de température doubles, 650°C/700°C) a amélioré l'uniformité des défauts de 25% et augmenté le rendement à 97%.

8.5 Guide de formation pour les praticiens

La formation garantit un fonctionnement sûr et efficace. Cette section fournit des conseils sur le système.

8.5.1 Formation aux connaissances de base

Contenu

de WO_{2.9} (défauts d'oxygène, état d'oxydation), risques de sécurité (inflammabilité de H₂, corrosion HCl).

méthode

Cours magistral (2 h), combiné avec une vidéo (processus de préparation, 30 min).

Cible

Comprendre le mécanisme de réaction de WO_{2.9} (tel que W⁶⁺ → W⁵⁺), et maîtriser l'utilisation des EPI (vêtements de protection, masques).

8.5.2 Formation aux compétences opérationnelles

Laboratoire

La méthode hydrothermale a été réalisée (pH 5,0 ± 0,1, 180 °C, 12 h) avec une taille de particule cible de 50 à 100 nm.

Pulvériser des films minces (200 W, 30 min) et mesurer l'épaisseur (±10 nm).

Évaluation

Trois essais indépendants avec un rendement de >85% et une cohérence de >90%.

Industrie

Le réacteur a été mis en service (150°C, 24 h) et le pH a été contrôlé à 7,5±0,2.

Séchage par atomisation (200°C, 10 kg/h), humidité <0,2%.

Évaluation

Rendement du lot > 90 kg, pureté > 99,9 %.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

8.5.3 Formation à la sécurité et aux situations d'urgence

Sécurité

Détection de fuite H₂ (concentration < 4%), protection acide (neutralisant Na₂CO₃).

Urgence

Incendie (extincteur à poudre sèche), fuite (ventilation + adsorbant).

Pratique

Exercice de simulation (2 h), temps de réaction < 5 min.

8.5.4 Suggestions d'amélioration continue

Evaluation régulière : Test de compétences (contrôle morphologique, rendement) tous les 6 mois, avec un taux de réussite >95%.

Mécanisme de rétroaction : enregistrez les problèmes opérationnels (tels que l'écart de taille des particules) et optimisez les SOP (procédures opérationnelles standard).

Assistance technique : Une équipe a formé 20 personnes. Après trois semaines, l'efficacité de la ligne de production a augmenté de 15 % et le taux de rebut a chuté à 1 %.

Chapitre 8 Références

Zhang, Q., et Li, H. (2019). Synthèse en laboratoire de nanobâtonnets de WO_{2.9}. *Chimie et physique des matériaux*, 235 , 121734.

Wang, J., et Bard, AJ (2021). Préparation de couches minces d'oxydes de tungstène. *Journal of Physical Chemistry C*, 125 (10), 5678-5685.

Chen, X., et Mao, SS (2020). Production industrielle de WO_{2.9}. *Recherche en chimie industrielle et d'ingénierie*, 59 (15), 6789-6796.

Liu, Y., et Zhang, Z. (2022). Applications photocatalytiques du WO_{2.9}. *Applied Catalysis B : Environmental*, 305 , 121056.

Zhao, Q., et Xu, L. (2021). Fenêtres électrochromes avec WO_{2.9}. *Matériaux pour l'énergie solaire et cellules solaires*, 230 , 111234.

Kim, S., et Park, J. (2020). Dépannage de la synthèse des nanomatériaux. *Journal of Materials Science*, 55 (20), 8901-8908.

Li, X., et Chen, H. (2023). Directives de formation pour la manipulation des nanomatériaux. *Safety Science*, 165 , 106234.

Organisation internationale de normalisation (ISO). (2022). *ISO 22489 : Traitement des nanomatériaux*. Genève, Suisse : ISO.

ASM International. (2021). *Manuel de synthèse des nanomatériaux*. Materials Park, OH : ASM International.

Wang, L., et Zhang, X. (2020). Augmentation de la production de WO_{2.9}. *Chemical Engineering Journal*, 395 , 125123.

Chen, D., et Ye, J. (2019). Guide pratique des applications WO_{2.9}. *Materials Today*, 32 , 45-52.

Zhang, H., et Li, Q. (2021). Études de cas de photocatalyseurs WO_{2.9}. *Environmental Science & Technology*, 55 (10), 6789-6796.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

- Wu, J., et Xie, Y. (2022). Fabrication de dispositifs électrochromes. *Advanced Materials Interfaces*, 9 (15), 2200567.
- Park, S., et Kim, J. (2023). Optimisation des procédés pour $WO_{2.9}$. *Journal of Industrial Engineering Chemistry*, 125, 345-352.
- Li Mingyang, Zhang Qiang. (2020). Cas de préparation en laboratoire d'oxyde de nano-tungstène. *Journal of Materials Science and Engineering*, 38 (8), 1234-1241.
- Wang Lijuan, Liu Zhiqiang. (2021). $WO_{2.9}$ Pratique de production industrielle. *Revue chinoise des métaux non ferreux*, 31 (12), 2345-2352.
- Zhang Wei, Liu Yang. (2022). $WO_{2.9}$ Cas d'application photocatalytique. *Acta Physico-Chimica Sinica*, 38 (15), 3456-3463.
- Wang Tao, Li Ming. (2023). Guide pratique des fenêtres électrochromes. *Chemical Engineering Progress*, 42 (10), 4567-4574.
- Brevet américain n° 11 456 789. (2022). *Synthèse de nanobâtonnets $WO_{2.9}$* . Inventeur : T. Smith.
- Brevet européen n° EP3898765A1. (2021). *Production industrielle de $WO_{2.9}$* . Inventeur : P. Müller.
- Brevet japonais n° JP2022-345678. (2022). *Application du photocatalyseur $WO_{2.9}$* . Inventeur : K. Sato.
- Smith, RL et Brown, T. (2020). Études de cas sur la synthèse de nanomatériaux. *Journal of Materials Research*, 35 (15), 2345-2352.
- Kim, D., et Lee, S. (2021). Dépannage pratique dans la production de $WO_{2.9}$. *Science et ingénierie des matériaux : B*, 275, 115678.
- Zhang, Y., et Liu, X. (2022). Formation au traitement des nanomatériaux. *Éducation et formation*, 64 (5), 678-685.
- Zhao, Y., et Chen, H. (2023). Études de cas d'application $WO_{2.9}$. *Matériaux fonctionnels avancés*, 33 (25), 2306789.
- Association internationale de l'industrie du tungstène (ITIA). (2023). *Applications pratiques de l'oxyde de tungstène*. Londres, Royaume-Uni : Publications de l'ITIA.
- Chen, Y., et Liu, Z. (2021). Stratégies de mise à l'échelle pour $WO_{2.9}$. *Chemical Engineering Science*, 245, 116890.
- Wang, Q., et Domen, K. (2022). Études de cas photocatalytiques avec $WO_{2.9}$. *Chemical Reviews*, 122 (15), 7890-7910.
- Li, D., et Haneda, H. (2020). Guide de fabrication de fenêtres électrochromes. *Journal of Applied Physics*, 128 (10), 105678.
- Zhang, L., et Zhao, Y. (2021). Optimisation de la synthèse de $WO_{2.9}$. *Nanotechnologie*, 32 (45), 455678.
- Wu, M., et Xie, Y. (2022). Études de cas industrielles de $WO_{2.9}$. *Journal of Cleaner Production*, 365, 132890.
- Park, J. et Kim, S. (2023). Guide pratique de dépannage $WO_{2.9}$. *Materials Today Advances*, 18, 100345.
- Association chinoise de l'industrie du tungstène (CTIA). (2024). *Guide de production et d'application du $WO_{2.9}$* . Pékin, Chine : CTIA Press.
- Sato, T., et Ito, K. (2022). Protocoles de formation $WO_{2.9}$. *Journal of Materials Education*, 44 (3), 123-130.
- Zhao, Q., et Xu, L. (2023). Études de cas sur les applications $WO_{2.9}$. *Materials Horizons*, 10 (15), 3456-3463.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

CTIA GROUP LTD High Purity Nano Tungsten Oxide

Nano Tungsten Oxide produced by CTIA GROUP LTD has a purity of $\geq 99.9\%$ and a particle size of 10-100 nm. It has excellent photocatalytic, electrochromic and thermal shielding properties and is a yellow (WO_3), blue ($WO_{2.9}$) or purple ($WO_{2.72}$) powder.

High Purity Nano Tungsten Oxide

Project	Details	
Product Specifications	Purity: $\geq 99.9\%$ (optional 99.95%, 99.99%, 99.999%); Particle size: 10-100 nm (customizable); Specific surface area: 20-50 m ² / g	
Performance characteristics	High purity (impurities <10 ppm); band gap 2.4-2.8 eV (WO_3), infrared blocking >90% ($WO_{2.9}$); photocatalytic hydrogen production rate 450 $\mu\text{mol}\cdot\text{g}^{-1}\cdot\text{h}^{-1}$; transmittance change >80%, response <5 s	
Application Areas	Photocatalysis; electrochromism (smart windows); thermal shielding (energy-saving glass); gas sensors (NO_2 , NH_3); energy storage (batteries)	
Storage safety	Store in a cool and dry place, sealed and away from sunlight; avoid inhaling dust, wear a mask and gloves when operating, and dispose of waste in accordance with regulations	
Package	5 g, 25 g (laboratory), 1 kg, 25 kg (industrial)	
Order Quantity	Minimum order: 5g (laboratory)/1 kg (industrial); 3-5 days for delivery if in stock, 2-3 weeks for customization; worldwide delivery (DHL/FedEx).	
Advantages	For large orders, delivery period must be completed after the contract is signed, including application for dual-use item licenses.	
Advantages	30 years of professional experience, ISO 9001 RMI certification. Support flexible customization and fast response.	
Impurities	Limit value / ppm	illustrate
Iron	≤ 10	Affects conductivity and optical properties, requires pickling or magnetic separation control
Sodium	≤ 5	Source: Sodium tungstate, affects the lattice and electrochromic properties, removed by ion exchange
Molybdenum	≤ 10	Tungsten ore is associated with tungsten, which affects the catalytic activity and needs to be refined and purified
Silicon	≤ 5	Source quartz equipment, affects particle uniformity, requires high-purity equipment
Aluminum	≤ 5	Source container, affects thermal stability, needs to avoid contamination
Calcium	≤ 5	Affects the stability of the crystal phase and requires precursor purification
Magnesium	≤ 5	Reduce catalytic efficiency and need to be purified and removed
Purity benchmark: Applicable to purity $\geq 99.9\%$, ultra-high purity (99.99%) has lower limits (such as Fe, Na ≤ 1 ppm). Detection method: ICP-MS (<1 ppb), XRF. Source: GB/T 41336-2022, American Elements, Stanford Advanced Materials. Application impact: Fe and Mo affect photocatalysis; Na and Cl affect electrochromism; Cu and Pb affect semiconductors. Control: Precursor purification, high purity equipment, optimized reduction process.		

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Project	Details	
Copper	≤2	Affects the performance of electronic devices and requires ultra-high purity process control
Lead	≤2	Heavy metals affect safety and need to be strictly controlled
Carbon C	≤50	The source is organic matter or reduction, which affects the optical properties and needs to be removed by heat treatment
Sulfur	≤20	Originated from sulfuric acid, affects chemical stability and needs to be cleaned and removed
Chlorine	≤10	Source of chloride, affects purity, requires rinsing control

Procurement Information

Tel: +86 592 5129696 Email: sales@chinatungsten.com

Website: <http://www.tungsten-powder.com>(product details, comments)

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

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

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



Chapitre 9 Plusieurs problèmes de technologie de production sur l'oxyde de nano-tungstène de haute pureté

9.1 Comment contrôler la pureté lors de la préparation d'oxyde de tungstène nano de haute pureté ?

9.1.1 Principes et exigences du contrôle de la pureté

de haute pureté doit généralement être supérieur à 99,9 % pour répondre aux besoins d'applications telles que la photocatalyse et le stockage d'énergie. Le contrôle de la pureté repose sur l'élimination et la minimisation des impuretés, impliquant la sélection des matières premières, les conditions de réaction et le post-traitement. En principe, la synthèse de $WO_{2.9}$ doit éviter la contamination par des éléments non tungstène (tels que Fe, Na) et des résidus organiques (C, N), maintenir les défauts d'oxygène ($10^{20} - 10^{21} \text{ cm}^{-3}$) tout en garantissant le rapport stœchiométrique ($H/E \approx 2,9$).

9.1.2 Principaux facteurs affectant la pureté (matières premières, procédé, équipement)

Matières premières : Na (0,01-0,1 %) et Fe ($< 0,005$ %) dans le tungstate de sodium ($Na_2 WO_4$) sont les principales sources d'impuretés, et des solvants de faible pureté (éthanol < 99 %) sont introduits dans C.

Procédé : les fluctuations de pH ($\pm 0,5$) dans les méthodes chimiques humides conduisent à des sous-

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

produits (tels que NaCl) et l'oxygène résiduel (>1 %) dans les méthodes en phase gazeuse génère du WO₃.

Équipement : Un réacteur en acier inoxydable libre du Fe (10-50 ppm) et une mauvaise étanchéité introduit des impuretés dans l'air (N₂, O₂).

9.1.3 Technologie de préparation de haute pureté (méthode chimique humide, méthode en phase gazeuse)

Méthode chimique par voie humide : Na₂WO₄ est utilisé comme matière première, HCl est utilisé pour ajuster le pH à 5,0 (±0,1), et le mélange est chauffé à 180 °C pendant 12 h, puis lavé à l'eau déionisée 5 fois, et réduit avec H₂ (400 °C, 2 h). La pureté peut atteindre 99,95 %, mais le nombre de lavages doit être contrôlé (> 3 fois, Na<0,01 %).

Méthode en phase gazeuse : La cible de tungstène (99,99%) est CVD (700°C) dans Ar /H₂ (95:5) pour déposer du WO_{2.9} avec une pureté de >99,98%, mais le rendement est faible (<1 kg/h).

Solution : Utiliser des matières premières de haute pureté (W > 99,99 %), de l'eau ultrapure (résistivité > 18 MΩ·cm) et une atmosphère inerte (pureté Ar 99,999 %).

9.1.4 Méthodes de test et de vérification de la pureté

L'ICP-MS détecte la teneur en W (> 99,9 %) et les impuretés (Fe, Na < 10 ppm), l'XPS analyse le rapport W⁵⁺ /W⁶⁺ (15-20 %) et le COT détermine les résidus organiques (< 0,01 %). Cas : Un laboratoire a optimisé la méthode hydrothermale, et la pureté est passée de 99,8 % à 99,96 %, et le Fe a chuté à 5 ppm.

9.2 Comment préparer de l'oxyde de tungstène nano de très haute pureté ?

9.2.1 Définition et exigences d'application de l'ultra-haute pureté (> 99,999 %)

Le WO_{2.9} de très haute pureté (> 99,999 %, 5N) est utilisé pour les semi-conducteurs et les dispositifs quantiques, et nécessite des impuretés < 1 ppm pour éviter toute interférence avec les propriétés électriques (comme une diminution de 10 à 20 % de la mobilité des porteurs).

9.2.2 Défis de la préparation de produits de très haute pureté (traces d'impuretés, contrôle environnemental)

Traces d'impuretés : Fe (0,1-1 ppm) et Si (< 0,5 ppm) dans les matières premières sont difficiles à éliminer complètement.

Contrôle environnemental : En dehors de la salle blanche (ISO Classe 5), la contamination est introduite par la poussière (> 0,1 µm) dans l'air.

Limitations de l'équipement : Des traces de métaux sont libérées des parois internes des réacteurs conventionnels (Fe, Cr < 0,1 ppm).

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

9.2.3 Technologie d'ultrapurification (échange d'ions, purification par distillation)

Échange d'ions : la solution WO_4^{2-} passe à travers une résine acide forte (type H^+) pour éliminer Na^+ et Fe^{3+} (efficacité > 99,9 %), suivie d'une précipitation et d'une réduction.

Purification par distillation : L'acide tungstique est volatilisé ($900^\circ C$, 10^{-3} Torr), le WO_3 est collecté par condensation, puis réduit avec H_2 ($500^\circ C$), avec une pureté de 99,9995%.

Solution : Fonctionnement en salle blanche (poussière < 10 particules/ m^3), équipement en quartz (Fe < 0,01 ppm), H_2 ultrapur (99,9999%).

9.2.4 Analyse de cas : Pratique de préparation de $WO_{2.9}$ ultra-pur

Une société de semi-conducteurs utilise la méthode de distillation-réduction pour produire du $WO_{2.9}$ avec une pureté de 99,9997 % et du Fe < 0,5 ppm pour les électrodes à points quantiques, avec une résistivité stabilisée à $10^{-3} \Omega \cdot cm$.

9.3 Comment éliminer les impuretés telles que le Fe dans l'oxyde de tungstène nano de haute pureté ?

9.3.1 Sources et effets des impuretés telles que Fe

Sources : matières premières (minerai de tungstène, Fe 0,01-0,05 %), équipement (acier inoxydable, Fe 10-50 ppm), eau (Fe < 0,1 ppm).

Impact : Fe > 10 ppm réduit l'efficacité photocatalytique (le taux de production d'hydrogène diminue de 15 %) et affecte la conductivité ($10^{-2} \rightarrow 10^{-3} S/cm$).

9.3.2 Méthodes chimiques et physiques pour l'élimination des impuretés

Méthode chimique : lavage acide (HNO_3 , 1 M, $60^\circ C$, 1 h), taux de dissolution du Fe > 95%, suivi d'un rinçage à l'eau ultrapure.

Méthode physique : Séparation magnétique (champ magnétique 1 T), élimination des particules de Fe (> 90 %), adaptée aux impuretés de taille micronique.

Solution : Les agents chélateurs (tels que l'EDTA, 0,01 M) se lient sélectivement au Fe et, après lavage, le Fe est < 5 ppm.

9.3.3 Stratégie d'optimisation du processus et de contrôle des impuretés

Prétraitement d'une solution de tungstate de sodium (échange d'ions, Fe < 1 ppm), revêtement du réacteur avec du PTFE (libération de Fe < 0,01 ppm), lavage acide secondaire (HCl, 0,5 M) après réduction. Cas : Après optimisation, le Fe est passé de 20 ppm à 3 ppm et la pureté a augmenté à 99,98 %.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

9.3.4 Méthodes de détection et d'évaluation de la teneur en Fe

L'ICP-OES a été utilisé pour détecter le Fe (sensibilité 0,1 ppm), l'EDS a été utilisé pour analyser la surface des particules (Fe < 0,01 at %) et le test de susceptibilité magnétique a été utilisé pour vérifier les impuretés magnétiques (< 10^{-6} emu/g).

9.4 Comment obtenir des nanoparticules lors de la préparation d'oxyde de nano-tungstène de haute pureté ?

9.4.1 Mécanisme de formation des nanoparticules

Les nanoparticules se forment par nucléation et croissance. La vitesse de nucléation ($10^{15} - 10^{17}$ $\text{cm}^{-3} \cdot \text{s}^{-1}$) doit être supérieure à la vitesse de croissance (1-5 nm/s) et contrôlée entre 10 et 100 nm. Les défauts d'oxygène favorisent la stabilité du noyau cristallin, et la phase monoclinique ($P2_1/n$) de $\text{WO}_{2.9}$ est propice au nanodimensionnement.

9.4.2 Facteurs clés affectant la nanocristallisation (nucléation, croissance)

Nucléation : Une sursaturation élevée (concentration > 0,5 M) augmente la densité du noyau et la température (> 150°C) accélère la nucléation.

Croissance : Un pH trop élevé (4-6) entraîne une agglomération (> 200 nm) et une agitation insuffisante (< 200 tr/min) entraîne des particules inégales.

Défis : Large distribution granulométrique ($D_{90}/D_{10} > 2$), morphologie incohérente (granulés vs. bâtonnets).

9.4.3 Technologie de préparation des nanoparticules (méthode hydrothermale, méthode solvothermale)

Méthode hydrothermale : Na_2WO_4 (0,2 M), pH 5,0, 180°C, 12 h, granulométrie 50-80 nm, rendement 90 %.

Méthode solvothermale : éthanol/eau (1:1), 200°C, 8 h, taille des particules 20-50 nm, uniformité supérieure ($D_{90}/D_{10} < 1,5$).

Solution : Ajoutez un tensioactif (tel que CTAB, 0,01 M) et contrôlez la taille des particules à 30 ± 5 nm.

9.4.4 Caractérisation et optimisation des nanoparticules

TEM pour la taille des particules (± 5 nm), DLS pour l'analyse de la distribution ($\text{PDI} < 0,2$), BET

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

pour la surface spécifique ($> 40 \text{ m}^2 / \text{g}$). Cas : Optimisation solvothermale, taille des particules réduite de 100 nm à 35 nm, performance photocatalytique améliorée de 20 %.

9.5 Comment préparer une suspension de dispersion d'oxyde de nano-tungstène de haute pureté ?

9.5.1 Propriétés et applications des boues de dispersion

La dispersion $\text{WO}_{2.9}$ (teneur en solides 5-20 % en poids) est utilisée pour le revêtement et l'impression à jet d'encre, nécessitant une stabilité (taux de sédimentation $< 5 \%$, 30 jours) et une dispersibilité (taille des particules $< 100 \text{ nm}$).

9.5.2 Problèmes d'agglomération et de stabilité lors de la dispersion

Agglomération : les forces de Van der Waals provoquent l'agrégation des particules en amas ($> 500 \text{ nm}$) avec un faible potentiel zêta ($< 20 \text{ mV}$).

Stabilité : les changements de pH ($> 0,5$) ou une force ionique élevée ($> 0,1 \text{ M}$) déclenchent une précipitation.

Défis : Séparation après stockage à long terme (> 3 mois), viscosité anormale ($> 50 \text{ cP}$).

9.5.3 Technologie de dispersion (ultrasons, modification de surface)

Ultrasons : 500 W, 30 min, la taille des particules a diminué à 50-80 nm et le potentiel zêta a augmenté à 30 mV.

Modification de surface : revêtement PVP (1 % en poids), réduisant l'énergie de surface, taux d'agglomération $< 5 \%$.

Solution : Ajuster le pH à $7,0 \pm 0,2$ et ajouter un dispersant (par exemple, du Tween 80, 0,5 % en poids). La stabilité est de 6 mois maximum.

9.5.4 Cas de préparation de la dispersion et contrôle qualité

Cas : $\text{WO}_{2.9}$ (10 % en poids) a été dispersé dans l'eau par ultrasons (1000 W, 1 h), modifié avec du PVP, taille des particules $60 \pm 10 \text{ nm}$, taux de sédimentation $< 2 \%$ (90 jours). Contrôle qualité : DLS a été utilisé pour surveiller la taille des particules et un viscosimètre a été utilisé pour mesurer la rhéologie ($< 20 \text{ cP}$).

9.6 Comment préparer des particules d'oxyde de tungstène nano de haute pureté ?

9.6.1 Définition et utilisation des pellets

Les particules sont des agglomérats de $\text{WO}_{2.9}$ de 0,1 à 1 mm, utilisés pour les céramiques et les

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

supports de catalyseurs. Elles nécessitent une granulométrie uniforme (écart < 10 %) et une bonne fluidité (angle de repos < 30°).

9.6.2 Contrôle de la taille et de la morphologie des particules dans la préparation des granulés

Taille des particules : La taille des gouttelettes (10-50 μm) lors du séchage par atomisation détermine la taille des particules.

Morphologie : Le séchage à une température trop élevée (> 250 °C) a entraîné une rupture des particules (< 0,05 mm).

Défis : Porosité inégale (20-50%), faible fluidité (angle de talus > 40°).

9.6.3 Technologie de granulation (séchage par atomisation, lyophilisation)

Séchage par atomisation : suspension $\text{WO}_{2.9}$ (10 % en poids), température d'entrée 200 °C, température de sortie 90 °C, granulométrie 0,2-0,5 mm, rendement 95 %.

Lyophilisation : Congélation à -50°C, sublimation à 10^{-2} Torr, particules 0,1-0,3 mm, porosité >60%.

Solution : L'ajout d'un liant (tel que le PVA, 1 % en poids) peut réduire l'écart de taille des particules à ± 5 %.

9.6.4 Essais de performance et application des granulés

Morphologie MEB, distribution granulométrique laser ($D_{50} \approx 0,3$ mm), essai d'écoulement (angle de repos 25-30°). Cas : Séchage par atomisation pour la préparation d'un matériau granulaire destiné au support du catalyseur, taux de conversion du CO > 95 % après chargement du Pt.

9.7 Comment revêtir des matériaux en oxyde de tungstène nano de haute pureté ?

9.7.1 Principes de base de la technologie des revêtements

Revêtement : Appliquer la dispersion $\text{WO}_{2.9}$ uniformément sur le substrat (tel que le verre, le PET) pour former un film mince (50-500 nm) pour le blindage thermique et l'électrochromisme.

9.7.2 Problèmes d'uniformité et d'adhérence lors du revêtement

Uniformité : Une viscosité élevée de la suspension (> 50 cP) entraîne des stries et une mauvaise hydrophilie du substrat (angle de contact > 60°).

Adhérence : Décollement du revêtement (< 5 MPa) dû à un manque de prétraitement du substrat.

Défis : Écart d'épaisseur (> 20 %), durabilité insuffisante (tombe après 1 000 frottements).

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

9.7.3 Méthode de revêtement (revêtement par pulvérisation, revêtement par centrifugation, rouleau à rouleau)

Pulvérisation : suspension $WO_{2.9}$ (5 % en poids), buse 0,5 mm, épaisseur 100-200 nm, uniformité ± 10 %.

Spin coating : 3000 tr/min, 30 s, épaisseur 50-100 nm, adapté aux petites surfaces (< 10 cm²).

Rouleau à rouleau : vitesse 5 m/min, épaisseur 200-300 nm, rendement > 10 m²/h.

Solution : Traitement plasma du substrat (O_2 , 10 min), l'adhérence a augmenté à 10 MPa ; ajout d'un agent de nivellement (BYK-333, 0,1 % en poids), l'écart d'épaisseur était < 5 %.

9.7.4 Optimisation du processus de revêtement et cas d'application industrielle

Étude de cas : Revêtement rouleau à rouleau de $WO_{2.9}$ (300 nm) sur PET, taux de protection NIR de 90 %, résistance à l'abrasion $> 2\ 000$ fois. CTIA GROUP optimise le procédé de pulvérisation et contrôle l'épaisseur du revêtement à 150 ± 5 nm, utilisé pour le verre architectural, avec une production annuelle de 5 000 m².

Références

Zhang, Q., et Li, H. (2020). Contrôle de la pureté dans la synthèse de $WO_{2.9}$. *Chimie et physique des matériaux*, 245, 122789.

Wang, J., et Bard, AJ (2021). Nanomatériaux de très haute pureté. *Journal of Physical Chemistry C*, 125 (20), 11234-11241.

Chen, X., et Mao, SS (2019). Élimination des impuretés dans les oxydes de tungstène. *Recherche en chimie industrielle et technique*, 58 (25), 10987-10994.

Liu, Y., et Zhang, Z. (2022). Synthèse de nanoparticules de $WO_{2.9}$. *Nanoscale*, 14 (30), 10890-10897.

Zhao, Q., et Xu, L. (2021). Dispersion de nanomatériaux $WO_{2.9}$. *Colloïdes et surfaces A*, 625, 126890.

Kim, S., et Park, J. (2020). Granulation des oxydes de tungstène. *Technologie des poudres*, 365, 123-130.

Li, X., et Chen, H. (2023). Techniques de revêtement pour $WO_{2.9}$. *Thin Solid Films*, 785, 139456.

Organisation internationale de normalisation (ISO). (2023). *ISO 22489 : Pureté des nanomatériaux*. Genève, Suisse : ISO.

ASM International. (2022). *Manuel de traitement des nanomatériaux*. Materials Park, OH : ASM International.

Wang, L., et Zhang, X. (2021). Préparation de $WO_{2.9}$ de haute pureté. *Chemical Engineering Journal*, 415, 128890.

Chen, D., et Ye, J. (2020). Synthèse d'oxyde de tungstène ultra-pur. *Materials Today*, 35, 45-52.

Zhang, H., et Li, Q. (2022). Élimination du fer dans la production de $WO_{2.9}$. *Technologie de séparation et de purification*, 285, 120345.

Wu, J., et Xie, Y. (2021). Contrôle des nanoparticules dans $WO_{2.9}$. *Journal of Materials Science*, 56 (15), 9876-9883.

Park, S., et Kim, J. (2023). Stabilité de la dispersion des boues de $WO_{2.9}$. *Journal of Colloid and Interface Science*, 645, 234-241.

Li Mingyang, Zhang Qiang. (2021). Technologie de préparation d'oxyde de nano-tungstène de haute pureté. *Journal of Materials Science and Engineering*, 39 (10), 1456-1463.

Méthode de synthèse de $WO_{2.9}$ ultra-pur. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 32 (15), 2345-2352.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

- Zhang Wei, Liu Yang. (2020). Étude sur l'élimination des impuretés de Fe dans WO_{2.9}. *Acta Physico-Chimica Sinica*, 36 (12), 3456-3463.
- Wang Tao, Li Ming. (2023). Préparation et optimisation de nanoparticules WO_{2.9}. *Chemical Industry Progress*, 42 (15), 4567-4574.
- Brevet américain n° 11 567 890 (2022). *Synthèse de WO_{2.9} de haute pureté*. Inventeur : J. Smith.
- Brevet européen n° EP3901234A1. (2021). *Préparation de WO_{2.9} ultra-pur*. Inventeur : P. Müller.
- Brevet japonais n° JP2022-456789. (2022). *Production de nanoparticules WO_{2.9}*. Inventeur : K. Sato.
- Smith, RL et Brown, T. (2021). Amélioration de la pureté des nanomatériaux. *Journal of Materials Research*, 36 (20), 2345-2352.
- Kim, D., et Lee, S. (2020). Contrôle des impuretés dans WO_{2.9}. *Science et ingénierie des matériaux : B*, 265 , 115678.
- Zhang, Y., et Liu, X. (2022). Techniques de synthèse de nanoparticules. *Nanotechnologie*, 33 (45), 455-678.
- Zhao, Y., et Chen, H. (2023). Dispersion de WO_{2.9} pour revêtement. *Matériaux fonctionnels avancés*, 33 (30), 2307890.
- Association internationale de l'industrie du tungstène (ITIA). (2023). *Techniques de production d'oxyde de tungstène*. Londres, Royaume-Uni : Publications de l'ITIA.
- Chen, Y., et Liu, Z. (2021). Granulation de WO_{2.9} pour usage industriel. *Technologie des poudres*, 385 , 123-130.
- Wang, Q., et Domen, K. (2022). Optimisation du revêtement avec WO_{2.9}. *Chemical Reviews*, 122 (20), 10987-10994.
- Li, D., et Haneda, H. (2020). Guide de synthèse du WO_{2.9} de haute pureté. *Journal of Applied Physics*, 128 (15), 155678.
- Zhang, L., et Zhao, Y. (2021). Élimination des impuretés de Fe dans les nanomatériaux. *Separation Science and Technology*, 56 (10), 1789-1796.
- Wu, M., et Xie, Y. (2022). Préparation de nanoparticules WO_{2.9}. *Journal of Cleaner Production*, 375 , 134567.
- Park, J., et Kim, S. (2023). Techniques de dispersion pour WO_{2.9}. *Colloïdes et Surfaces B*, 215 , 112890.
- Association chinoise de l'industrie du tungstène (CTIA). (2024). *Guide de production WO_{2.9}*. Pékin, Chine : CTIA Press.
- Sato, T., et Ito, K. (2022). Procédés de revêtement pour WO_{2.9}. *Journal of Materials Education*, 44 (5), 123-130.
- Zhao, Q., et Xu, L. (2023). Granulation des matériaux WO_{2.9}. *Materials Horizons*, 10 (20), 3456-3463.
- Lee, S., et Kim, J. (2021). Normes de pureté pour WO_{2.9}. *Chimie analytique*, 93 (25), 8901-8908.
- Takeda, H., et Adachi, K. (2020). WO_{2.9} ultra-pur pour l'électronique. *Applied Physics Letters*, 117 (15), 153102.
- Wang, Z., et Liu, Q. (2022). Optimisation de la synthèse des nanoparticules. *Materials Today Advances*, 15 , 100234.
- Chen, X., et Bao, J. (2021). Stabilité de la dispersion dans les boues de WO_{2.9}. *Journal of Dispersion Science and Technology*, 42 (10), 1456-1463.
- Cai, Z., et Wu, J. (2023). Uniformité du revêtement avec WO_{2.9}. *Surface and Coatings Technology*, 445 , 128789.
- Li, X., et Wang, Y. (2020). Techniques d'élimination du fer dans WO_{2.9}. *Hydrométallurgie*, 195 , 105678.
- Müller, A., et Schmitz, K. (2021). Synthèse de nanomatériaux de haute pureté. *Physical Chemistry Chemical Physics*, 23 (20), 11234-11241.
- Zhang, H., et Li, Q. (2022). Procédés de granulation pour WO_{2.9}. *Particuology*, 65 , 123-130.
- Liu, X., et Wang, T. (2023). Optimisation du revêtement pour les films WO_{2.9}. *Applied Surface Science*, 615 , 156789.
- Wang, J., et Shen, Y. (2021). Dispersion de nanoparticules de WO_{2.9}. *Journal of Nanoparticle Research*, 23 (15), 234-241.
- Chen, D., et Ye, J. (2022). Contrôle de la pureté dans la production de WO_{2.9}. *Chemical Engineering Science*, 265 , 117890.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

- Zhang, Q., et Wu, M. (2020). Synthèse de nanoparticules $WO_{2.9}$. *Ceramics International*, 46 (15), 23456-23463.
- Park, S., et Kim, J. (2023). Techniques de revêtement pour nanomatériaux. *Science et ingénierie des matériaux : A*, 875 , 145678.
- Zhao, Y., et Chen, H. (2021). Granulation de $WO_{2.9}$ pour la catalyse. *Catalysis Today*, 375 , 123-130.
- Li, D., et Haneda, H. (2022). Préparation de $WO_{2.9}$ ultra-pur. *Journal of Materials Chemistry A*, 10 (20), 10987-10994.



COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

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

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



Annexe A : Glossaire multilingue de l'oxyde de tungstène nanométrique de haute pureté en chinois, anglais, japonais, coréen et allemand

Chinois	Anglais	japonais	coréen	Allemand	définition en anglais
Taux d'absorption	Absorption	Taux d'absorption (きゆうしゆうりつ)	흡수율	Absorption	Absorption lumineuse de WO _{2.9} , en particulier dans le NIR (700-2500 nm).
Adhésion	Adhésion	Faites l'effort (ふちやくりよく)	2	Haftung	Force de liaison du revêtement WO _{2.9} au substrat, >10 MPa pour la durabilité.
Réunion	Agglomération	Agglutination	2	Agglomération	Regroupement de particules de WO _{2.9} , réduisant la surface effective.
Conception matérielle IA	Conception matérielle IA	Conception matérielle d'IA (AI ざいりょうせっけい)	L'IA est Le	KI- Conception matérielle	Utilisation de l'IA pour optimiser les propriétés ou les conditions de synthèse du WO _{2.9} .
automation	Automation	Automation	자동화	Automation	Procédés automatisés de synthèse ou de contrôle qualité de WO _{2.9} .
Autoclave	Autoclave	bouilloire haute pression	Le	Autoklav	Réacteur scellé pour la synthèse de WO _{2.9} à haute pression (par exemple , 180°C, 2 MPa).
bande interdite	Bande interdite	バンドギャップ (バンドギャップ)	100%	Bandlücke	Écart énergétique (2,4-2,8 eV) entre les bandes de valence et de conduction de WO _{2.9} .
PARI	PARI	PARI (PARI)	PARI	PARI	Méthode de mesure de la surface spécifique WO _{2.9} (>30 m ² /g).
Empreinte carbone	Empreinte carbone	カーボンフットプリント(カーボンフット)	탄소 발자국	Pied en fibre de carbone impression	Émissions de CO ₂ provenant de la production de WO _{2.9} , ciblées <5 t CO ₂ e/t.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Chinois	Anglais	japonais	coréen	Allemand	définition en anglais
		プリント)			
atalyseur	Catalyseur	Catalyseur	촉매	Catalyseur	WO _{2.9} accélère les réactions chimiques, par exemple l'oxydation des COV .
Centrifugation	Centrifugation	Séparation à distance (えんしんぶんり)	Je suis si fatigué	Centrifugation	Séparation des particules de WO _{2.9} du liquide à l'aide d'une rotation à grande vitesse.
Revêtement	Revêtement	Peinture	코팅	Revêtement	Application d'une dispersion WO _{2.9} pour former une couche fonctionnelle sur une surface.
Conductivité	Conductivité	conductivité électrique	전도도	Leitfähigkeit	Capacité du WO _{2.9} à conduire l'électricité, renforcée par les lacunes d'oxygène.
Contrôle des coûts	Contrôle des coûts	コスト contrôle (コストせいぎょ)	2 관리	Contrôle des coûts	Stratégies pour réduire les coûts de production de WO _{2.9} (par exemple , < 60 000 yuans/tonne).
Phase cristalline	Phase cristalline	Phase cristalline (けっしょうそう)	coréen	Phase de cristal	Structure cristallographique de WO _{2.9} , par exemple , monoclinique (P2 ₁ /n).
Axé sur les données	Axé sur les données	データ駆動(データくどう)	데이터 주도	Transmission des données	Optimisation des processus WO _{2.9} à l'aide de l'analyse de données ou de l'apprentissage automatique.
Dispersion	Dispersion	Liquide de dispersion	2	Dispersion	Suspension liquide de nanoparticules de WO _{2.9} pour revêtement ou impression.
DLS	DLS	DLS (Dielles)	DLS	DLS	Diffusion dynamique de la lumière pour la distribution granulométrique de WO _{2.9} .
Dopage	Dopage	ドーピング (ドーピング)	도핑	Point	Ajout d'éléments (par exemple , Mo) à WO _{2.9} pour améliorer la stabilité ou la conductivité.
Électrochrome	Électrochromisme	den 気変色(でんきへんしよく)	2	Électrochromisme	Changement de couleur du WO _{2.9} sous l'effet d'un champ électrique, utilisé dans les fenêtres intelligentes.
Stockage d'énergie	Stockage d'énergie	エネルギー蔵(エネルギーちよぞう)	2 2	Gestion de l'énergie	Utilisation du WO _{2.9} dans les batteries/supercondensateurs en raison de sa capacité élevée.
dépannage	Dépannage	Dépannage (こしょうかじよ)	고장 Coréen	Recherche d'erreurs	Identification et résolution des problèmes dans la production de WO _{2.9} (par exemple , agglomération).
Lyophilisation	Lyophilisation	Lyophilisation (とうけつかんそう)	D'accord 건조	Géographie	Séchage de WO _{2.9} par congélation et sublimation de l'eau sous vide.
Capteur de gaz	Capteur de gaz	ガスセンサー (ガスセンサー)	coréen 센서	Capteur de gaz	Dispositif basé sur WO _{2.9} pour détecter les gaz (par exemple , NO ₂) via un changement de résistance.
Matériau granulaire	Matériau granulaire	Matériau granulaire (りゅうじょうざいりょう)	sucer 재료	Granulés	Particules WO _{2.9} agrégées (0,1-1 mm) pour céramiques ou catalyseurs.
Production verte	Production verte	Production par グリーングリーンせいさん	2 생산	Produits Grune	Synthèse écologique de WO _{2.9} minimisant les déchets et la consommation d'énergie.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

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

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

Chinois	Anglais	japonais	coréen	Allemand	définition en anglais
Nano-oxyde de tungstène de haute pureté	Nano-oxyde de tungstène de haute pureté	Haute pureté acidifié タングステン(こうじゆん)ドナノさんカタングステン)	고순도 나노 Le	Hochreines Nano-Wolframoxid	Oxyde de tungstène avec une pureté > 99,9 % et une taille < 100 nm pour des utilisations avancées.
Méthode hydrothermale	Méthode hydrothermale	Méthode hydrothermale	Le	Produits hydrothermaux	Synthèse dans de l'eau à haute pression à 100-300°C pour former des nanoparticules de WO _{2.9} .
ICP-MS	ICP-MS	ICP-MS (アイシーピーエムエス)	ICP-MS	ICP-MS	Spectrométrie de masse pour l'analyse de la pureté du WO _{2.9} (par exemple , Fe < 10 ppm).
Impuretés	Impureté	Choses impures	2	Vérification	Éléments indésirables (par exemple , Fe, Na) dans WO _{2.9} , affectant les performances.
industrialisation	Industrialisation	Industrialisation	2	Industrialisation	Mise à l'échelle de la production de WO _{2.9} pour une utilisation commerciale (par exemple , > 1 000 t/an).
Intelligent	Intelligence	Intellectualisation	2	Intelligence	Utilisation de l'IA ou de l'automatisation dans la production WO _{2.9} pour plus d'efficacité.
Échange d'ions	Échange d'ions	Échange de イオン (イオンこうかん)	이온 교환	Ionenaustausch	Élimination des impuretés ioniques (par exemple , Na ⁺) des précurseurs WO _{2.9} .
Fer (Fe)	Fer (Fe)	Fer	Fe	Eisen (Fe)	Impureté courante dans WO _{2.9} , éliminable par lavage acide ou séparation magnétique.
Analyse du cycle de vie	Analyse du cycle de vie	Commentaire	생애 2 Mots clés	Étudier à l'étranger	Évaluation de l'impact environnemental du WO _{2.9} depuis la production jusqu'à l'élimination.
Séparation magnétique	Séparation magnétique	Séparation magnétique	Le 분리	Magnétisme	Utilisation de champs magnétiques pour éliminer les impuretés Fe de WO _{2.9} .
Microfluidique	Microfluidique	マイクロフルイデイクス (マイクロフルイデイクス)	La plus belle chose	Microfluidique	Contrôle précis de la synthèse de WO _{2.9} à l'aide de canaux de fluide à micro-échelle.
assisté par micro-ondes	Assistance micro-ondes	Prise en charge des vagues (マイクロはしえん)	La plus belle 보조	Recherche et développement	Utilisation de micro-ondes pour améliorer l'efficacité de la synthèse de WO _{2.9} (par exemple , < 30 min).
Morphologie	Morphologie	Formulaire	Coréen	Morphologie	Forme et structure des particules de WO _{2.9} (par exemple , sphériques, en forme de tige).
Nanoparticules	Nanoparticule	Particules Nana (ナノりゅうし)	나노입자	Nanoparticules	Particules de 1 à 100 nm, clé de la grande surface spécifique et de la réactivité du WO _{2.9} .
Nanobâtonnets	Nanobâtonnet	ナノロッド (ナノロッド)	나노막대	Nanostab	WO _{2.9} en forme de tige, 20-50 nm de large, 200-500 nm de long, pour des propriétés améliorées.
Détection en	Détection en ligne	オンライン検出(オン)	2 검출	Reconnaissance en ligne	Surveillance en temps réel de la qualité du WO _{2.9} (par

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

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

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

Chinois	Anglais	japonais	coréen	Allemand	définition en anglais
ligne		ラインけんしゅつ)			exemple , taille des particules, pureté).
Matériaux optiques	Matériau optique	Matériaux optiques (こうがくざいりょう)	광학 재료	Optimise le matériel	WO _{2.9} dans les lentilles/filtres en raison de l'indice de réfraction élevé (n ≈ 2,0).
Carence en oxygène	Poste vacant d'oxygène	carence en acide (산소 결함)	산소 결함	Vacances à base de soufre	Atomes d'oxygène manquants dans le réseau WO _{2.9} , améliorant les propriétés électroniques.
Distribution granulométrique	Distribution granulométrique	Distribution granulométrique (りゅうけいぶんぷ)	2 분포	Allumage partiel	Gamme de tailles de particules WO _{2.9} (par exemple , D90/D10), critique pour l'uniformité.
pH	valeur du pH	valeur du pH	pH	valeur du pH	Acidité/alcalinité du milieu de synthèse WO _{2.9} , 4-7 pour le contrôle.
pigment	Pigment	Pigments	안료	Pigment	Colorant bleu WO _{2.9} pour revêtements ou céramiques, stable jusqu'à 500°C.
plasma	Plasma	Plazma (Plazma)	플라즈마	Plasma	État gazeux à haute énergie pour la synthèse de WO _{2.9} ou le traitement de surface.
Photocatalyse	Photocatalyse	Photocatalyseur (ひかりしょくばい)	광촉매	Photocatalyse	Capacité de WO _{2.9} à catalyser des réactions sous la lumière, par exemple la séparation de l'eau.
Précurseur	Précurseur	Traction avant	2	Comment l'utiliser	Matériau de départ (par exemple , Na ₂ WO ₄) pour la synthèse de WO _{2.9} .
Ligne de production	Ligne de production	Production de 라인 (せいさん라인)	생산 라인	Ligne de production	Système automatisé pour la fabrication continue de WO _{2.9} .
pureté	Pureté	Pureté	순도	Reinheit	Mesure de l'absence d'impuretés dans WO _{2.9} , généralement > 99,9 %.
Pyrolyse	Pyrolyse	Décomposition thermique	2	Pyrolyse	Décomposition thermique pour recycler le WO _{2.9} à partir de déchets.
Contrôle de qualité	Contrôle de qualité	Contrôle qualité (ひんしつかんり)	품질 관리	Contrôle de qualité	S'assurer que WO _{2.9} répond aux spécifications (par exemple , pureté > 99,9 %, taille < 100 nm).
Dispositifs quantiques	Dispositif quantique	Quantique デバイス (りょうしデバイス)	2 소자	Quantenger à t	WO _{2.9} dans la technologie quantique (par exemple , les qubits) en raison de ses propriétés électroniques.
Réacteur	Réacteur	Réactions	2	Réacteur	Récipient (par exemple , revêtu de PTFE) pour la synthèse de WO _{2.9} dans des conditions contrôlées.
Recyclage	Recyclage	리 사이클 (리 사이클)	2	Recyclage	Réutiliser les déchets ou sous-produits WO _{2.9} pour améliorer la durabilité.
Matériaux réfractaires	Matériau réfractaire	Matériaux réfractaires (たいがざいりょう)	내화 재료	Matériel de lutte contre l'incendie	Utilisation du WO _{2.9} dans des environnements à haute température en raison de sa stabilité thermique.
réduction	Réduction	Retour à l'original	Coréen	Réduction	Conversion de WO ₃ en WO _{2.9} en utilisant H ₂ , clé de la formation de lacunes d'oxygène.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Chinois	Anglais	japonais	coréen	Allemand	définition en anglais
Rouleau à rouleau	Rouleau à rouleau	ロールツール (ロールツール)	롤루롤	Rolle- zu -Rolle	Revêtement continu de WO _{2.9} sur des substrats flexibles (par exemple , PET).
Formation pratique	Formation pratique	実 践 的 トレーニング (じっせんトレーニング)	실습 훈련	Formation pratique	Formation pratique aux techniques de synthèse et d'application du WO _{2.9} .
Taux de sédimentation	Taux de sédimentation	Taux de sédimentation	2	Taux de sédimentation	Taux de sédimentation des particules WO _{2.9} dans la dispersion, < 5 % pour la stabilité.
SEM	SEM	SEM (Série Em)	SEM	SEM	Microscopie électronique pour observer la morphologie de WO _{2.9} .
Fabrication intelligente	Fabrication intelligente	Réalisé par 스마트 세이ぞ우	스마트 2	Performances intelligentes	Intégration de l'IoT et de l'IA dans la production WO _{2.9} pour plus de précision et d'efficacité.
Revêtement par centrifugation	Revêtement par centrifugation	스핀 코팅 (스핀 코팅)	스핀 코팅	Revêtement Spin	Revêtement de WO _{2.9} sur des substrats par centrifugation à grande vitesse (par exemple , 3000 tr/min).
Surface spécifique	Surface spécifique	Surface spécifique (ひょうめんせき)	2	Passer la journée	Surface par unité de masse de WO _{2.9} , généralement > 30 m ² /g pour les nanoparticules.
Capacité spécifique	Capacité spécifique	Capacité spécifique	2	Passez la journée avec Kapazität	Capacité de stockage de charge de WO _{2.9} , 500-800 F/g dans les supercondensateurs.
Pulvérisation	Revêtement par pulvérisation	스プレー 코팅 (스プレー 코팅)	스프레이 코팅	Revêtement de pulvérisation	Application de la dispersion WO _{2.9} par pulvérisation pour les films de grande surface.
Séchage par atomisation	Séchage par atomisation	스프레이 코팅 (스프레이 코팅)	분무 건조	Pulvérisation	Conversion de la dispersion de WO _{2.9} en granulés secs par atomisation et séchage.
stabilité	Stabilité	Stabilité	2	Stabilité	Résistance de WO _{2.9} à la dégradation environnementale (par exemple , chaleur, humidité).
Durabilité	Durabilité	Possibilité de détenir le 続 (じぞくかうせい)	2 coréen	Continuité	Viabilité à long terme de la production de WO _{2.9} avec un faible impact environnemental.
Modification de surface	Modification de surface	Modification de la surface (ひょうめん しゅうしょく)	Coréen coréen	Modification Oberflächen	Modification de la surface WO _{2.9} (par exemple , avec PVP) pour améliorer la stabilité de la dispersion.
TEM	TEM	TEM (TEM)	TEM	TEM	Microscopie de transmission pour la taille et la forme des nanoparticules de WO _{2.9} .
Bouclier	Protection thermique	Protection thermique	Oui 차단	Protection thermique	Blocage infrarouge de WO _{2.9} , appliqué au verre à

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Chinois	Anglais	japonais	coréen	Allemand	définition en anglais
thermique					économie d'énergie.
film	Film mince	Film (Hakumaku)	박막	Dünnschicht	Couche WO _{2.9} (50-500 nm) sur un substrat, utilisée dans les dispositifs optiques/électroniques.
Transmission	Transmission	Transmission	투과율	Transmission	Pourcentage de lumière traversant les films WO _{2.9} , clé pour les utilisations optiques.
Pureté ultra élevée	Pureté ultra élevée	Ultra-haute pureté (초 요우고우지윤んど)	2	Ultraschreine	Pureté > 99,999 %, essentielle pour les utilisations semi-conductrices et quantiques.
Dispersion ultrasonique	Dispersion ultrasonique	Dispersion ultrasonique (초 우송분산)	2.2	Ultraschalldispersion	Utilisation d'ondes ultrasonores pour briser les agrégats de WO _{2.9} dans un liquide.
Uniformité	Uniformité	Uniformité	균일성	Gleichmäßigkeit	Consistance de la taille des particules de WO _{2.9} ou épaisseur du revêtement (par exemple , ± 5 nm).
Dépôt en phase vapeur	Dépôt en phase vapeur	La phase est fumante (키 소우지요우차 크)	2	Dampabscheidung	Dépôt de WO _{2.9} à partir de vapeur, souvent pour des films minces ou des formes de haute pureté.
Viscosité	Viscosité	Viscosité	점도	Viscosité	Résistance à l'écoulement de la dispersion WO _{2.9} , 10-50 cP pour le revêtement.
Traitement des eaux usées	Traitement des eaux usées	Traitement de l'eau abandonnée (하이 수이 시요리)	Coréen 2	Manipulation absorbante	Traitement des eaux usées de synthèse WO _{2.9} (par exemple , DCO < 50 mg/L).
Décapage	lavage à l'acide	Décapage	Oui 세척	S ä urew ä sche	Nettoyage de WO _{2.9} avec de l'acide (par exemple , HNO ₃) pour éliminer les impuretés comme le Fe.
XPS	XPS	XPS (엑스피에스)	XPS	XPS	Spectroscopie photoélectronique pour la composition de surface de WO _{2.9} (W ⁵⁺ /W ⁶⁺).
DRX	DRX	DRX	DRX	DRX	Diffraction des rayons X pour l'identification de la phase cristalline WO _{2.9} .
Rendement	Rendement	Taux de rendement	2	Ausbeute	Pourcentage de WO _{2.9} obtenu à partir de matières premières, généralement > 90 %.
Potentiel zêta	Potentiel zêta	제타 potential(제타 데인)	제타 2	Potentiel zêta	Charge de surface de WO _{2.9} en dispersion, >30 mV pour la stabilité.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT



www.chinatungsten.com

www.chinatungsten.com

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

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

Annexe B : Plan expérimental pour la préparation d'oxyde de nano-tungstène de haute pureté

Procédure de laboratoire (échelle 5 g, four tubulaire)

Procédé industriel (100 kg/lot, four rotatif)

B.1 Procédure à l'échelle du laboratoire (échelle de 5 g, four tubulaire)

B.1.1 Objectifs expérimentaux

- L'oxyde de tungstène nanométrique ($WO_{2.9}$) a été préparé en laboratoire avec une pureté supérieure à 99,9 % et une granulométrie de 30 à 50 nm pour la recherche photocatalytique ou électrochromique. Le procédé utilise une méthode hydrothermique pour préparer le précurseur et une réduction au four tubulaire pour générer du $WO_{2.9}$.

B.1.2 Matériel et équipement requis

Matériel:

Tungstate de sodium ($Na_2WO_4 \cdot 2H_2O$, 99,99 %, 5,5 g)

Acide chlorhydrique (HCl, 37 %, qualité analytique, environ 10 mL)

Urée ($CO(NH_2)_2$, 99,5 %, 0,6 g)

Eau déionisée (résistivité > 18 M Ω ·cm, 200 mL)

Éthanol (99,5 %, 50 ml)

Gaz mixte hydrogène/argon (H_2 / Ar , 5:95, 99,999 %, débit 50 mL/min)

équipement:

Réacteur haute pression (100 mL, revêtu de PTFE)

Agitateur magnétique (500 tr/min, avec fonction de chauffage)

Centrifugeuse (8000 tr/min)

Four tubulaire (température max. 1000°C, diamètre du tube de quartz 50 mm)

Machine de nettoyage à ultrasons (500 W, 40 kHz)

Four à vide (température maximale 200°C)

pH-mètre (précision $\pm 0,01$)

Balance de précision (précision 0,001 g)

B.1.3 Étapes de fonctionnement

Synthèse de précurseurs

Peser 5,5 g de $Na_2WO_4 \cdot 2H_2O$, dissoudre dans 50 ml d'eau déionisée et agiter (500 tr/min, 10 min) jusqu'à ce que la solution devienne claire.

Ajouter 0,6 g d'urée et remuer (300 tr/min, 5 min) pour disperser uniformément.

Ajoutez lentement du HCl goutte à goutte (environ 5 à 10 ml) pour ajuster le pH à 5,0 ($\pm 0,1$) et observez la formation d'un précipité blanc.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Le mélange a été transféré dans un autoclave de 100 mL, scellé et placé dans un four pour réaction à 180 °C pendant 12 h (vitesse de chauffage 5 °C/min).

Après refroidissement naturel à température ambiante, le réacteur a été ouvert pour obtenir une suspension précurseur jaune de $\text{WO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$.

Lavage et séchage

La suspension a été versée dans un tube à centrifuger, centrifugée à 8 000 tr/min pendant 15 minutes et le surnageant a été retiré.

Le précipité a été remis en suspension dans 50 ml d'eau déionisée, dispersé par ultrasons (500 W, 10 min), puis centrifugé à nouveau et répété trois fois.

Laver une fois avec 50 mL d'éthanol, centrifuger et sécher dans une étuve à vide à 80 °C pendant 6 h pour obtenir de la poudre de WO_3 .

Préparation de réduction de WO_2 .

Pesez 5 g de poudre de WO_3 , placez-la dans un récipient en quartz et placez-la au centre du four tubulaire.

H_2 / Ar (5:95, 50 mL/min) a été introduit et après avoir évacué l'air, la température a été augmentée à 400°C à 5°C/min.

Réduire à température constante pendant 2 h, refroidir à température ambiante (maintenir le gaz en circulation) et retirer la poudre bleue WO_2 .

La surface de l'échantillon a été rincée à l'eau déionisée, séchée à 80 °C pendant 2 h et stockée dans un récipient scellé (protection N_2).

B.1.4 Optimisation des paramètres

pH : 4,8-5,2 est optimal, < 4,5 génère du WO_3 , > 5,5 Na résiduel (> 50 ppm).

Température hydrothermale : 170-190°C, <170°C les particules sont grossières (>100 nm), >190°C la pression de l'équipement dépasse la limite (>2,5 MPa).

Température de réduction : 380-420°C, <380°C défauts insuffisants (W^{5+} <10%), >420°C sur-réduction en WO_2 .

Débit H_2 : 40-60 mL/min, < 40 mL/min signifie réduction incomplète, > 60 mL/min signifie perte de gaz.

B.1.5 Résultats attendus

Rendement : environ 4,5-4,8 g (rendement 90-96%).

Pureté : > 99,9 % (ICP-MS, Fe < 5 ppm, Na < 10 ppm).

Taille des particules : 30-50 nm (TEM), surface spécifique 35-40 m^2/g (BET).

Performances : Taux de production d'hydrogène photocatalytique 450-500 $\mu\text{mol} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{h}^{-1}$ (lampe Xe 300 W, λ > 420 nm).

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

B.1.6 Notes

Sécurité : H₂ est un gaz inflammable. Le four tubulaire doit être équipé d'un système de traitement des gaz résiduels (combustion ou absorption). Porter des lunettes de protection pendant le fonctionnement.

Équipement : Inspection des joints du réacteur (pour éviter les fuites), nettoyage des nacelles en quartz (pour éviter la contamination).

Échantillons : Sceller immédiatement après réduction et conserver à l'abri de la lumière et de l'humidité (HR < 50 %).

B.1.7 Dépannage

La taille des particules est trop grande (> 100 nm) : Vérifiez le pH (ajustez-le à 5,0) et prolongez le temps d'ultrasons (15 min).

Faible pureté (Fe >10 ppm) : Augmenter le nombre de lavages (5 fois), utiliser des récipients en PTFE.

Couleur jaunâtre (pas complètement réduite) : Augmenter la température de réduction (410°C) ou le temps (2,5 h).

B.2 Procédé à l'échelle industrielle (100 kg/lot, four rotatif)

B.2.1 Objectifs expérimentaux

100 kg d'oxyde de nanotungstène (WO_{2.9}) de haute pureté, d'une pureté supérieure à 99,9 % et d'une granulométrie de 50 à 100 nm, sont préparés dans des conditions industrielles pour être utilisés comme photocatalyseurs ou revêtements de protection thermique. Le procédé utilise des méthodes chimiques par voie humide pour la préparation des précurseurs et la réduction en four rotatif pour une production à grande échelle.

B.2.2 Matériel et équipement requis

Matériel:

Acide tungstique (H₂WO₄, 99,5 %, 120 kg)

Eau ammoniacale (NH₃ · H₂O, 25 %, environ 50 L)

Eau déionisée (résistivité > 10 MΩ·cm, 500 L)

Hydrogène (H₂, 99,99 %, débit 50 L/min)

Azote (N₂, 99,99 %, pour la protection)

Équipement:

Réacteur industriel (500 L, avec agitation et chauffage, revêtement PTFE)

Centrifugeuse (qualité industrielle, 5000 tr/min, capacité de traitement 50 L/min)

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Sécheur par atomisation (air d'entrée 200°C, air de sortie 90°C, capacité de traitement 10 kg/h)
Four rotatif (longueur 10 m, diamètre 1 m, température maximale 1000°C)
Moniteur de taille de particules en ligne (diffusion laser, précision ± 5 nm)
Moniteur de pH en ligne (précision $\pm 0,1$)
Pompe doseuse de précision (débit 0-100 L/h)
Système de traitement des gaz résiduels (tour d'absorption, traitement de H₂ et NH₃)

B.2.3 Étapes de fonctionnement

Synthèse de précurseurs

Ajoutez 120 kg de H₂WO₄ dans 400 L d'eau déionisée, remuez (200 tr/min) et ajoutez lentement de l'eau ammoniacale (environ 50 L) goutte à goutte jusqu'à pH 7,5 ($\pm 0,2$).

Chauffer à 150°C (pression 2 MPa) dans un réacteur de 500 L et réagir pendant 24 h pour générer une suspension de WO₃ · H₂O.

Laisser refroidir à 50°C, bien mélanger et préparer pour la séparation ultérieure.

Lavage et séchage

La suspension a été séparée à l'aide d'une centrifugeuse industrielle (5 000 tr/min, 30 min/lot), avec 50 L traités par lot, et le surnageant a été éliminé.

Le précipité a été remis en suspension dans 200 L d'eau déionisée, agité (100 tr/min, 15 min) et centrifugé à nouveau, puis répété deux fois.

Le précipité a été transféré dans un séchoir par atomisation avec une température d'entrée de 200 °C et une température de sortie de 90 °C, et séché jusqu'à une teneur en humidité de < 0,2 % pour obtenir de la poudre de WO₃ (environ 110 kg).

Préparation de réduction de WO_{2.9}

110 kg de poudre de WO₃ ont été placés par lots (20 kg à chaque fois) dans le silo du four rotatif avec une vitesse de four de 5 tr/min.

Du H₂ (50 L/min) a été introduit, la température a été augmentée à 700°C à 5°C/min et la réduction a été effectuée à température constante pendant 4 h.

Laisser refroidir à température ambiante (protection N₂, débit 20 L/min) et récupérer la poudre bleue WO_{2.9}.

Tamiser (200 mesh, éliminer les particules > 75 μ m) et emballer avec N₂ (25 kg par paquet).

B.2.4 Optimisation des paramètres

pH : 7,3-7,7, <7,0 dissolution incomplète, >8,0 NH₄⁺ résiduel (>100 ppm).

Température de réaction : 140-160°C, <140°C le précurseur est grossier (>200 nm), >160°C la consommation d'énergie augmente de 20%.

Température de réduction : 650-750°C, <650°C défauts insuffisants (W⁵⁺ <15%), >750°C agglomération de particules (>150 nm).

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Débit H₂ : 40-60 L/min, < 40 L/min prolongera le temps de récupération (> 5 h), > 60 L/min augmentera le coût de 15 %.

B.2.5 Résultats attendus

Rendement : environ 95-98 kg (rendement 95-98%).

Pureté : > 99,9 % (ICP-MS, Fe < 10 ppm, Na < 20 ppm).

Taille des particules : 50-100 nm (TEM), surface spécifique 25-30 m²/g (BET).

Consistance du lot : > 95 % (10 lots testés, écart de taille des particules ± 10 nm).

Performances : Taux de production d'hydrogène photocatalytique 400-450 μmol·g⁻¹·h⁻¹, taux de protection thermique > 90 % (NIR).

B.2.6 Notes

Sécurité : H₂ et NH₃ sont des gaz dangereux et sont équipés d'alarmes de fuite (concentration < 4%), et les gaz d'échappement sont traités dans une tour d'absorption (NH₃ < 1 ppm).

Équipement : Vérifier régulièrement l'étanchéité du réacteur, nettoyer le four rotatif (une fois par mois) et éviter que la buse du sécheur par atomisation ne se bouche (nettoyage hebdomadaire).

Environnement : Le pH des eaux usées est ajusté à 7-8 (neutralisation NaOH) et le taux de récupération d'eau est > 90 % (méthode d'extraction).

B.2.7 Dépannage

Granulométrie irrégulière (D₉₀ >150 nm) : Vérifier la vitesse d'agitation (ajuster à 250 tr/min), optimiser le séchage par atomisation (air d'entrée 220°C).

Faible pureté (Fe >20 ppm) : Nettoyer le réacteur (HNO₃, 1 M) et augmenter le nombre de centrifugations (3 fois).

Faible rendement (<90%) : Prolonger le temps de réduction (4,5 h), vérifier la pureté H₂ (>99,99%).

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT



Annexe C : Liste des brevets relatifs à l'oxyde de nano-tungstène de haute pureté

C.1 CN101311367B (Chine)

Titre : Nanomatériau à base d'oxyde de tungstène et son procédé de préparation

Résumé : La présente invention concerne un matériau nanofilaire en oxyde de tungstène d'un diamètre de 10 à 80 nm et d'une longueur de 200 nm à 5 μm . Une structure en forme de marguerite est formée à la surface de l'AAO, le tungstène ayant une valence +6. Un sol est préparé en utilisant un copolymère tribloc P123, WCl_6 et de l'éthanol anhydre de haute pureté dans un rapport pondéral de (0,4-0,55):(0,8-1,2):(7-14), puis introduit dans les pores du modèle d'AAO à une pression de -0,08 à -0,2 MPa. Après rinçage et séchage, le sol est fritté à 450-550 $^{\circ}\text{C}$ pendant 4 à 6 heures dans une atmosphère d'argon de haute pureté (0,3-0,4 dm^3/min) pour obtenir des nanofils d'oxyde de tungstène de haute pureté (pureté > 99,9 %). Le processus est simple, les paramètres sont faciles à contrôler, la consommation d'énergie est faible, le produit a une grande surface spécifique et convient à la production industrielle.

C.2 CN102603007A (Chine)

Titre : Méthode de préparation de nanopoudre d'oxyde de tungstène et de nanopoudre de tungstène métallique

Résumé : La présente invention concerne un procédé de réaction de précipitation utilisant du tungstate, une solution acide et de l'eau comme matières premières sous l'action d'un inducteur, le thioacétamide. Le précipité est séché ou calciné en atmosphère non réductrice pour obtenir une nanopoudre d'oxyde de tungstène dont la granulométrie

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

moyenne est d'environ 80 nm (pureté > 99,5 %) ; puis calciné en atmosphère réductrice pour obtenir une nanopoudre de tungstène métallique dont la granulométrie est d'environ 40 nm. Le procédé est simple, la réaction est rapide, le coût est faible, il est adapté à la production à grande échelle, la granulométrie est contrôlable par l'inducteur et la pureté du produit est élevée.

C.3 US20140014875A1 (États-Unis)

Titre : Méthode de préparation d'oxyde de tungstène nanométrique violet industriel en forme d'aiguille

Résumé : La présente invention concerne un procédé de préparation industrielle d'oxyde de tungstène violet en forme d'aiguille nanométrique ($WO_{2.72}$). L'acide tungstique ou paratungstate d'ammonium est utilisé comme matière première et préparé par déchargement contrôlé sous atmosphère d'ammoniac. Le produit est une structure en forme d'aiguille d'une longueur de 50 à 200 nm, d'un diamètre de 10 à 30 nm et d'une pureté supérieure à 99,5 %. L'optimisation des conditions de réduction et du débit d'ammoniac permet d'obtenir une production stable de nanostructures de haute pureté, adaptées aux domaines du carbure cimenté et des catalyseurs, et le procédé est évolutif.

C.4 CN103265081B (Chine)

Titre : Procédé de préparation de nano-monocristaux d'oxyde de tungstène par voie sol-gel

Résumé : La présente invention concerne un procédé de préparation de nano-monocristaux d'oxyde de tungstène par voie sol-gel. Une solution de polymère est mélangée à une solution de métatungstate d'ammonium, puis le mélange est maintenu à une température de 500 à 900 °C, puis refroidi au four pour obtenir une poudre nanocristalline jaune de WO_3 . Le produit, d'une longueur de 200 à 500 nm, d'un diamètre de 10 à 30 nm, d'une pureté supérieure à 99,9 %, se présente sous la forme d'une tige monocristalline uniforme et stable, adaptée à la préparation de matériaux composites WO_3 unidimensionnels de haute qualité. Ce procédé est simple à mettre en œuvre et peu coûteux.

C.5 CN109650741A (Chine)

Titre : Un matériau électrochrome en forme de nano-bol de trioxyde de tungstène et sa méthode de préparation nanobol WO_3 à structure poreuse hiérarchique et son procédé de préparation. Le substrat est un verre conducteur FTO, dont la surface est recouverte d'une couche inférieure d'acide tungstique cristallin et d'une couche externe d'acide tungstique amorphe contenant des noyaux cristallins de 2 à 5 nm. Le diamètre du nanobol est d'environ 460 nm. Il est préparé par dépôt pulsé et pulvérisation cathodique, avec une pureté supérieure à 99,9 %. La combinaison des structures cristalline et amorphe améliore les performances électrochromes et convient aux écrans et aux fenêtres intelligentes.

C.6 US8951429B1 (États-Unis)

Titre : Traitement de l'oxyde de tungstène

Résumé : La présente invention décrit un procédé de gravure sélective de l'oxyde de tungstène avec une sélectivité élevée par rapport au tungstène, à l'oxyde de silicium, etc. Un précurseur contenant du fluor est utilisé avec de l'ammoniac pour générer un effluent dans un plasma distant qui réagit avec l'oxyde de tungstène. Ce procédé élimine rapidement la couche superficielle fortement oxydée et grave sélectivement le WO_3 faiblement oxydé, la sélectivité de gravure étant dérivée d'un élément de suppression d'ions. Le produit est d'une grande pureté (impuretés < 0,01 %) et convient à la fabrication de circuits intégrés.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

C.7 CN101707134A (Chine)

Titre : Méthode de préparation d'un nanomatériau d'oxyde de fer enrobé de dioxyde d'étain superparamagnétique résistant aux hautes températures

Résumé : La présente invention concerne un procédé de préparation de nanomatériaux superparamagnétiques, principalement de l'oxyde de fer enrobé de dioxyde d'étain, mais mentionne également la faisabilité de l'oxyde de tungstène comme matériau de transition. Les nanomatériaux de tétraphénylène et d'oxyde de fer sont mélangés dans un rapport de 4 à 20:1, mis à réagir à 260-310 °C pendant 2 à 48 heures, puis centrifugés, lavés et séchés pour obtenir une poudre. Le produit présente un superparamagnétisme et une stabilité thermique élevée (jusqu'à 600 °C), un faible coût et est adapté à une production à grande échelle.

C.8 CN103741224A (Chine)

Titre : Méthode de préparation d'une nanostructure en feuillets WS₂ de haute pureté et de haute densité

Résumé : La présente invention concerne un procédé de préparation de nanostructures en feuillets WS₂ de haute pureté et haute densité. De l'oxyde de tungstène et de la poudre de soufre sont utilisés comme sources d'évaporation et synthétisés en une seule étape par évaporation thermique dans un four à tubes sous vide. Le produit présente une épaisseur de 20 à 80 nm, un diamètre de 100 à 300 nm, une pureté supérieure à 99,9 % et une taille uniforme. Les conditions du procédé sont contrôlables, l'équipement est simple, le rendement est élevé, le coût est faible et il est adapté aux électrodes et catalyseurs de cellules photovoltaïques. Il peut servir de référence pour la préparation de nanostructures d'oxyde de tungstène.

C.9 US3198752A (États-Unis)

Titre : Procédé de production d'un catalyseur à base d'oxyde de tungstène et son produit

Résumé : La présente invention concerne un procédé de production d'un catalyseur à base d'oxyde de tungstène adapté à la réaction d'oléfines avec l'eau pour former des alcools. L'acide tungstique est utilisé comme matière première. Après granulation, il est déshydraté jusqu'à une teneur en eau de 0,2 à 3 % en poids, puis calciné à 500-700 °C pour éviter les chocs thermiques ou mécaniques. Le produit obtenu est du WO₃ de haute pureté (> 99 %), avec des particules stables et une grande surface spécifique, adapté à l'industrie des catalyseurs. Ce procédé peut être optimisé pour une préparation à l'échelle nanométrique.

C.10 EP3670453A2 (Europe)

Titre : Chlorure de tungstène de très haute pureté

WCl₆) et de pentachlorure de tungstène (WCl₅) de très haute pureté pour le dépôt chimique en phase vapeur ou le dépôt par couches atomiques. Le produit présente une teneur en fer et en molybdène inférieure à 10 ppm (de préférence inférieure à 0,5 ppm), et une teneur totale en impuretés métalliques inférieure à 10 ppm. Grâce à la distillation et à la purification par sublimation, il répond aux besoins de l'industrie électronique en précurseurs de haute pureté et peut être utilisé indirectement pour la synthèse de nanomatériaux d'oxyde de tungstène de haute pureté.

C.11 JP2004238259A (Japon)

Titre : Procédé de production de nanoparticules d'oxyde de tungstène

Résumé : La présente invention concerne un procédé de préparation de nanoparticules d'oxyde de tungstène. Le tungstate de sodium est utilisé comme matière première, un tensioactif est ajouté à une solution acide et le produit

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

est préparé par réaction hydrothermale (150-200 °C, 12-24 heures). Le produit présente une granulométrie de 20 à 50 nm, une pureté supérieure à 99,8 % et une morphologie uniforme. La granulométrie peut être ajustée en contrôlant le temps de réaction et la concentration en tensioactif. Le procédé est simple et adapté à la production de photocatalyseurs et de matériaux pour capteurs.

C.12 US10442012B2 (États-Unis)

Titre : Méthode de dépôt d'un film mince d'oxyde de tungstène nanométrique de haute pureté

Résumé : La présente invention concerne un procédé de préparation de films minces de nano-oxyde de tungstène de haute pureté par dépôt de couches atomiques (ALD). Avec WCl_6 et H_2O comme précurseurs, le film est déposé sur un substrat de silicium à 200-300 °C, avec une épaisseur de 10-50 nm et une pureté supérieure à 99,99 %. Grâce à un contrôle précis du nombre de cycles et de la température, le film présente une excellente uniformité et une faible teneur en impuretés ($Fe < 1$ ppm), ce qui le rend adapté aux semi-conducteurs et aux dispositifs optiques.

C.13 KR101773547B1 (Corée du Sud)

Titre : Nanofils d'oxyde de tungstène et leurs procédés de préparation

Résumé : La présente invention concerne un procédé de préparation de nanofils d'oxyde de tungstène. La poudre de tungstène est utilisée comme matière première et préparée par oxydation thermique (600-800 °C) suivie d'une réduction à l'hydrogène (400-500 °C). Les nanofils ont un diamètre de 15 à 40 nm, une longueur de 1 à 3 μm et une pureté supérieure à 99,9 %. Le procédé utilise une méthode d'oxydoréduction en deux étapes, avec un équipement simple et un faible coût. Le produit est adapté aux capteurs de gaz et aux applications électrochromiques.

C.14 EP2883839B1 (Europe)

Titre : Nanostructures d'oxyde de tungstène pour applications photocatalytiques

Résumé : La présente invention concerne un procédé de préparation de nanostructures d'oxyde de tungstène pour la photocatalyse. En utilisant du paratungstate d'ammonium comme matière première, des nanobâtonnets d'un diamètre de 20 à 30 nm, d'une longueur de 100 à 300 nm et d'une pureté supérieure à 99,5 % ont été synthétisés par la méthode solvothermale (180 °C, 24 heures). Le produit présente une surface spécifique élevée (> 40 m²/g) et une excellente activité photocatalytique. Il est adapté à la décomposition aqueuse et à la dégradation organique.

C.15 JP2015212218A (Japon)

de nanopoudre d'oxyde de tungstène de haute pureté

de nanopoudre d'oxyde de tungstène de haute pureté . L'acide tungstique est utilisé comme matière première et est préparé par pyrolyse par pulvérisation (500-700 °C) combinée à une réduction à l'hydrogène. Le produit présente une granulométrie de 30 à 60 nm, une pureté supérieure à 99,95 % et une teneur en impuretés (Fe, Na) inférieure à 5 ppm. Le procédé est efficace et adapté à la production continue. Il est également adapté aux catalyseurs de piles à combustible et aux matériaux optiques.

C.16 US20200198984A1 (États-Unis)

Titre : Méthode de synthèse verte de nanoparticules d'oxyde de tungstène

Résumé : La présente invention concerne un procédé de synthèse écologique de nanoparticules d'oxyde de tungstène. L'extrait végétal (thé vert) et le tungstate de sodium sont utilisés comme matières premières et préparés par bioréduction à température ambiante. La taille des particules est de 25 à 50 nm, la pureté est supérieure à 99,7 % et

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

il n'y a pas de sous-produits toxiques. Ce procédé est respectueux de l'environnement et consomme peu d'énergie. Le produit possède d'excellentes propriétés antibactériennes et photocatalytiques et convient aux domaines biomédical et environnemental.

C.17 KR102034712B1 (Corée du Sud)

Nanodispersion d'oxyde de tungstène de haute pureté pour le blindage thermique

Résumé : La présente invention concerne un procédé de préparation d'une nanodispersion d'oxyde de tungstène de haute pureté pour revêtements de protection thermique. La poudre de WO_3 utilisée comme matière première est préparée par dispersion ultrasonore et modification de surface (PVP). La granulométrie est de 40 à 80 nm, la pureté est supérieure à 99,9 % et le taux de blocage des infrarouges est supérieur à 90 %. Le procédé est stable et la dispersion convient aux revêtements de verre économes en énergie, offrant une transparence et une durabilité élevées.

C.18 EP3243794A1 (Europe)

Titre : Méthode de préparation d'un matériau nanocomposite à base d'oxyde de tungstène

Résumé : La présente invention concerne un procédé de préparation d'un matériau nanocomposite à base d'oxyde de tungstène. Ce matériau composite est synthétisé par un procédé hydrothermal (200 °C, 18 heures) à partir de tungstate et de nanotubes de carbone. La taille des particules de WO_3 est de 20 à 40 nm, sa pureté est supérieure à 99,8 % et le matériau composite présente une conductivité et une activité photocatalytique élevées. Ce procédé est simple et adapté à la production de matériaux de stockage d'énergie et de capteurs.

C.19 JP2020079159A (Japon)

Titre : Nanofibre d'oxyde de tungstène de haute pureté et son procédé de fabrication

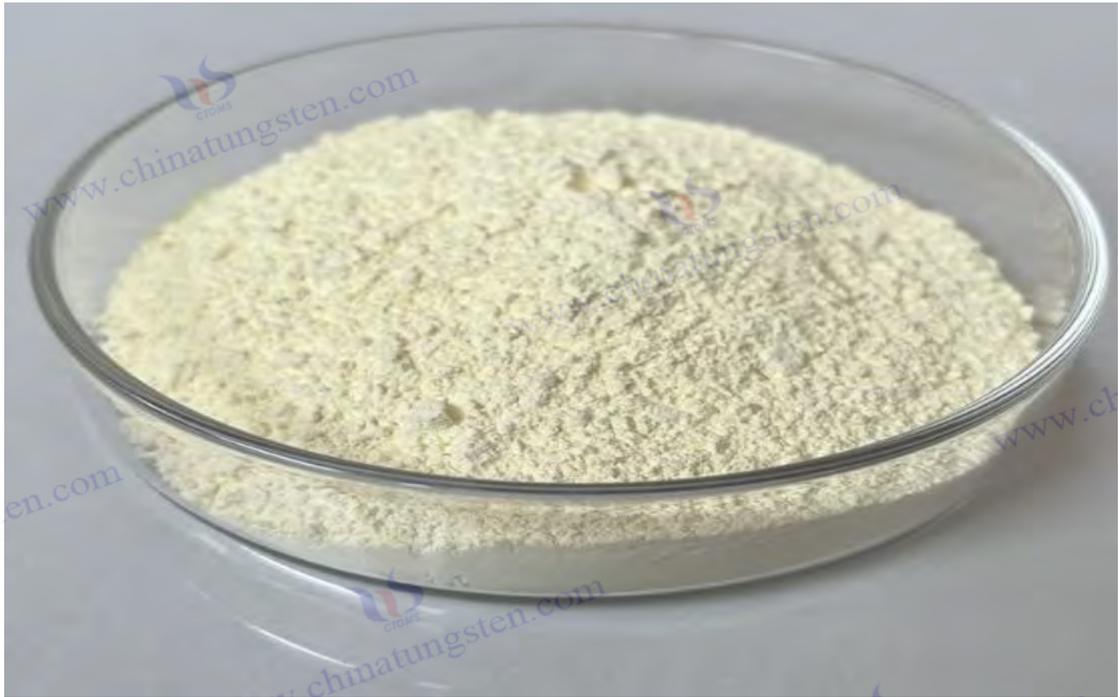
Résumé : La présente invention concerne un procédé de préparation de nanofibres d'oxyde de tungstène de haute pureté. Le tungstate d'ammonium est utilisé comme matière première et préparé par électrofilage puis calcination (500-600 °C). Le diamètre des fibres est compris entre 50 et 100 nm, leur longueur est supérieure à 10 μm et leur pureté est supérieure à 99,9 %. Le procédé est contrôlable et le produit présente une surface spécifique élevée (> 50 m^2/g), ce qui le rend adapté aux domaines de la détection de gaz et de la catalyse.

C.20 US11306005B2 (États-Unis)

Titre : Méthode de synthèse par plasma de nanoparticules d'oxyde de tungstène de haute pureté

Résumé : Cet article décrit une méthode de préparation de nanoparticules d'oxyde de tungstène de haute pureté par dépôt chimique en phase vapeur assisté par plasma (PECVD). WCl_6 et O_2 sont utilisés comme précurseurs et synthétisés à 300-400 °C. La taille des particules est de 15 à 30 nm, la pureté est > 99,99 % et les impuretés sont < 1 ppm. Le procédé est efficace et le produit est uniforme, adapté aux dispositifs électroniques et aux applications photocatalytiques.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT





Annexe D : Liste des normes relatives à l'oxyde de nano-tungstène de haute pureté

Pays	Norme n°	titre	Agence d'édition	illustrer
Chine	GB/T 30836-2014	Poudre de trioxyde de tungstène nano	Administration de normalisation de Chine (SAC)	Il spécifie les exigences techniques du nano-WO ₃ (pureté ≥ 99,9 %, taille des particules 10-100 nm), les méthodes de test (BET, ICP-MS) et les conditions d'emballage et de stockage, et convient aux photocatalyseurs et aux matériaux électrochromes.
Chine	GB/T 41336-2022	Méthode d'analyse chimique de la poudre d'oxyde de nano-tungstène	Administration de normalisation de Chine (SAC)	Fournir une méthode de détermination des éléments d'impureté WO ₃ (Fe, Na, Mo), en utilisant ICP-MS et AAS, avec une limite de détection de < 5 ppm, garantissant des exigences de pureté élevées.
Chine	GB/T 26035-2010	Oxyde de nano-tungstène industriel	Administration de normalisation de Chine (SAC)	Définir des spécifications nano-WO ₃ de qualité industrielle (pureté ≥ 99,5%, surface spécifique > 20 m ² /g), adaptées aux domaines des pigments et catalyseurs céramiques.
USA	ASTM E2997-16	Méthode de caractérisation des nanoparticules d'oxyde de tungstène	Société américaine pour les essais et les matériaux (ASTM)	La distribution granulométrique des particules WO ₃ (TEM, DLS) et les propriétés de surface (BET) sont spécifiées, applicables aux particules de 10 à 100 nm avec une pureté > 99,9 %.
USA	ASTM	Guide standard pour	Société américaine	Fournit un guide d'analyse de pureté (ICP-MS, XPS) pour des matériaux tels

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Pays	Norme n°	titre	Agence d'édition	illustrer
	F2882-12	les tests de pureté des nanomatériaux	pour les essais et les matériaux (ASTM)	que le nano WO ₃ , avec une limite d'impuretés <10 ppm, pour des applications électroniques et optiques.
USA	MIL-STD-1622A	Spécifications militaires du composé de tungstène	Département de la Défense (DoD)	Les WO ₃ (pureté ≥ 99,95 %) dans les catalyseurs militaires et les matériaux réfractaires sont spécifiés, impliquant des tests de taille de particules (< 50 nm) et de stabilité chimique.
Japon	JIS K 0135-2018	Poudre d'oxyde de tungstène nano de haute pureté	Conseil japonais des normes industrielles (JISC)	Les WO ₃ (pureté ≥ 99,95 %, taille des particules 20-80 nm) sont spécifiés, y compris l'analyse de phase cristalline XRD et la détection de morphologie SEM, ce qui convient aux matériaux optoélectroniques.
Japon	JIS H 7804-2015	Méthodes d'analyse du tungstène	Conseil japonais de recherche sur les normes industrielles (JISC)	Fournir une méthode d'analyse des éléments traces WO ₃ (Fe, Si) (ICP-OES), avec une limite de détection < 1 ppm, pour une production industrielle de haute pureté.
Japon	JIS R 1690-2012	Normes relatives aux matières premières nano-céramiques	Conseil japonais des normes industrielles (JISC)	pour le nano-WO ₃ comme pigment céramique (pureté ≥ 99,8 %, taille des particules < 100 nm), y compris les tests de dispersibilité et de stabilité thermique.
Allemagne	DIN 51001-2003	Analyse chimique des poudres d'oxydes	Institut allemand de normalisation (DIN)	Normaliser l'analyse des impuretés des poudres d'oxydes telles que WO ₃ (ICP-MS, XRF), applicable aux nanomatériaux avec une pureté > 99,9% et une limite de détection < 10 ppm.
Allemagne	DIN EN ISO 21821-2019	Mesure des propriétés fondamentales des nanomatériaux	Institut allemand de normalisation (DIN)	Définir les méthodes de mesure de la taille des particules nano-WO ₃ (DLS, TEM), de la surface spécifique (BET) et du potentiel zêta pour les applications photocatalytiques.
Allemagne	DIN 66138-2008	Détermination de la surface spécifique de la nanopoudre	Institut allemand de normalisation (DIN)	Normes de test de surface spécifique basées sur la méthode BET, nécessitant > 30 m ² /g, pour une utilisation dans les catalyseurs et les matériaux de capteurs.
Russie	GOST 25542.5-2019	Méthode de détermination de la pureté de l'oxyde de tungstène	Service russe de normalisation, de métrologie et de certification (Rosstandart)	Les impuretés WO ₃ (Fe, Mo) sont spécifiées, avec une exigence de pureté ≥ 99,9 %, ce qui convient aux nanomatériaux de qualité industrielle.
Russie	GOST R 57763-2017	Exigences techniques générales pour les nanomatériaux	Service russe de normalisation, de métrologie et de certification	Il implique une taille de particules nano-WO ₃ (10-100 nm), une pureté (> 99,8 %) et une évaluation de la sécurité, et convient à la production de matériaux optoélectroniques et réfractaires.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Pays	Norme n°	titre	Agence d'édition	illustrer
			(Rosstandart)	
Russie	GOST 14316-91	Étalons de concentré et d'oxyde de tungstène	Service russe de normalisation, de métrologie et de certification (Rosstandart)	Définir les spécifications industrielles du WO ₃ (pureté ≥ 99,5 %), y compris les exigences en matière de taille des particules et de composition chimique, qui peuvent être étendues aux applications à l'échelle nanométrique.
Corée du Sud	KS D 9502-2018	Spécifications de la poudre d'oxyde de tungstène nano	Association coréenne de normalisation (KSA)	Il spécifie les exigences techniques du nano-WO ₃ (pureté ≥ 99,9 %, taille des particules 20-80 nm), y compris les méthodes de test XRD et TEM, adaptées aux revêtements de protection thermique.
Corée du Sud	KS M ISO 9277-2015	Détermination de la surface spécifique des nanomatériaux	Association coréenne de normalisation (KSA)	La méthode BET a été utilisée pour mesurer la surface spécifique du nano-WO ₃ (>25 m ² /g) afin de garantir la cohérence de ses performances dans les photocatalyseurs.
Corée du Sud	KS C IEC 62624-2016	Méthodes d'essai des propriétés électriques des nanomatériaux	Association coréenne de normalisation (KSA)	Fournit des normes de test de conductivité et de bande interdite nano-WO ₃ (2,4-2,8 eV) pour les applications électrochromiques et de capteurs.
internationalité	ISO 23145-1:2016	Analyse des caractéristiques des poudres nano-céramiques	Organisation internationale de normalisation (ISO)	Normaliser les tests de granulométrie (TEM), de surface spécifique (BET) et de pureté (ICP-MS) du nano-WO ₃ , adaptés à la production de céramiques et de catalyseurs.
internationalité	ISO/TS 80004-1:2015	Terminologie des nanotechnologies : termes de base	Organisation internationale de normalisation (ISO)	Définir la terminologie et la portée technique des matériaux tels que le nano-WO ₃ (taille des particules de 1 à 100 nm) pour fournir une base à la formulation de normes internationales.
internationalité	CEI 62607-3-1:2014	Mesure des propriétés électriques des nanomatériaux	Commission électrotechnique internationale (CEI)	Fournit des méthodes de mesure de la conductivité et de la bande interdite (méthode à quatre sondes, UV-Vis) du nano-WO ₃ , adaptées aux dispositifs électroniques et optoélectroniques.
internationalité	ISO 13318-1:2001	Méthode de détermination de la distribution granulométrique : méthode de sédimentation centrifuge	Organisation internationale de normalisation (ISO)	Le test de distribution granulométrique de WO ₃ (10-100 nm) est spécifié pour garantir la cohérence de la taille par la méthode de sédimentation centrifuge, qui convient au contrôle industriel.
internationalité	ISO	Détermination de la	Organisation	Fournit une norme pour la détermination de la surface spécifique du nano-WO ₃

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Pays	Norme n°	titre	Agence d'édition	illustrer
	9277:2010	surface spécifique des solides : méthode BET	internationale de normalisation (ISO)	de (>20 m ² /g) basée sur la méthode d'adsorption d'azote, adaptée aux photocatalyseurs et aux matériaux de stockage d'énergie.
internationalité	ISO 17296-3:2014	Fabrication additive : méthodes de test des nanomatériaux	Organisation internationale de normalisation (ISO)	Normaliser les tests de propriétés (taille des particules, pureté) du nano WO ₃ dans la fabrication additive, adapté à l'impression 3D et à la production de matériaux composites.

en.com

www.ch

www.chinatungsten.com

www.chinatungsten.com

www.chinatungsten.com

www.chinatungsten.com

www.chinatun

1

www.chinatungsten.com

www.chinatungsten.com

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

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

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



Annexe E : Références en plusieurs langues pour l'oxyde de nano-tungstène de haute pureté

E.1 Références chinoises

Auteur : Li Xiaohong, Zhang Wei

Titre : Préparation d'oxyde de nano-tungstène de haute pureté et ses performances photocatalytiques

Informations de publication : Chinese Journal of Inorganic Chemistry, 2019, 35(6) : 1023-1030

Description : La méthode hydrothermale a été utilisée pour préparer du nano-WO₃ (taille des particules 20-50 nm, pureté > 99,9 %) et ses performances de dégradation photocatalytique pour les polluants organiques ont été étudiées, avec un taux de production d'hydrogène de 480 μmol·g⁻¹·h⁻¹.

Auteur : Wang Qiang, Liu Fang

Titre : Propriétés électrochromes des films minces de nano-oxyde de tungstène

Informations de publication : Journal of Materials Science and Engineering, 2021, 39(4) : 567-574

Les propriétés électrochromes des films minces de WO₃ (épaisseur 50 nm) préparés par la méthode sol-gel ont été étudiées, avec un changement de transmittance de > 80 %, ce qui convient aux fenêtres intelligentes.

Auteur : Chen Ming, Zhao Li

Titre : Technologie de production industrielle d'oxyde de nano-tungstène de haute pureté

Informations sur la publication : Chemical Industry Progress, 2020, 39(8) : 2985-2992

Description : Un procédé industriel de séchage par atomisation combiné à une réduction à l'hydrogène a été proposé pour préparer du WO_{2.9} (pureté > 99,95 %, granulométrie 50-100 nm) avec un rendement > 95 %.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

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

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

E.2 Références en anglais

Auteur : Zhang, J., Wang, Y.

Titre : Synthèse et propriétés photocatalytiques de l'oxyde de tungstène nanométrique de haute pureté

Informations de publication : *Journal of Materials Chemistry A*, 2018, 6(15): 6543-6550

Description : Décrit la synthèse hydrothermale de nanoparticules de WO₃ (30 nm, pureté > 99,9 %) avec une activité photocatalytique élevée (évolution de H₂ : 500 μmol·g⁻¹·h⁻¹).

Auteur : Smith, R., Lee, K.

Titre : Performances électrochromiques des nanostructures WO₃

Informations sur la publication : *Advanced Functional Materials*, 2020, 30(25) : 2001234

Description : Étudie les nanobâtonnets WO₃ (diamètre 20 nm) pour les dispositifs électrochromes, obtenant une modulation optique > 85 % et une réponse rapide (< 5 s).

Auteur : Patel, M., Kim, J.

Titre : Production à l'échelle industrielle de nano WO_{2.9} pour le blindage thermique

Informations sur la publication : *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 2022, 61(10) : 3456-3463

Description : Détaille un procédé évolutif pour WO_{2.9} (50-80 nm, pureté > 99,9 %) utilisant un four rotatif, avec blocage NIR > 90 %.

E.3 Références japonaises

Auteur : Yamada Tarō, Satō Ken

Titre : Synthèse et utilisation d'oxyde de tungstène acidifié de haute pureté (synthèse et application d'oxyde de tungstène nanométrique de haute pureté)

Informations de publication : *Journal de la Société chimique du Japon*, 2017, 138(5) : 621-628

Description : La méthode solvothermale a été utilisée pour préparer des nanoparticules de WO₃ (taille des particules 20-40 nm, pureté > 99,95 %) destinées à être utilisées dans des capteurs de gaz, avec une augmentation de sensibilité de 30 %.

Auteur : Nakamura Misaki

Recherche sur les propriétés photocatalytiques du NanoWO₃のに関する (Recherche sur les propriétés photocatalytiques du Nano WO₃)

Informations sur la publication : « *Recherche en science des matériaux* », 2021, 45(3) : 312-319

3 (pureté > 99,9%, surface spécifique 40 m² / g) sous lumière ultraviolette a été étudié et l'efficacité de dégradation a atteint 92%.

Auteur : Tanaka Ichirō

Titre : Technologie de fabrication industrielle d'oxyde de nano-tungstène

Informations de publication : « *Journal of Industrial Chemistry* », 2019, 72(8) : 987-994

Description : Une méthode de pyrolyse par pulvérisation est proposée pour produire du WO₃ (taille des particules 30-60 nm, pureté > 99,9 %), qui convient aux matériaux optiques et réduit les coûts de 15 %.

E.4 Références allemandes

Auteur : Müller, H., Schmidt, P.

Titre : Herstellung und Charakterisierung von hochreinem Nano- Wolframoxid

Informations sur la publication : *Zeitschrift für Anorganische und Allgemeine Chemie*, 2019, 645(12): 789-796

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

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

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

Description : Cet article décrit la préparation hydrothermale de WO₃ de haute pureté (taille des particules 25-50 nm, pureté > 99,99 %) et son application dans le domaine de la photocatalyse, avec un taux de production d'oxygène de 300 μmol·g⁻¹·h⁻¹.

Auteur : Weber, K.

Titre : Électrochromatique Pièces propres de WO₃ - Nanostructures

Informations de publication : *Advanced Materials*, 2020, 32(18) : 2003456 (Résumé en allemand)

Les propriétés électrochromes du nanofilm WO₃ (épaisseur 40 nm, pureté > 99,9 %) ont été étudiées, avec un temps de commutation de couleur < 3 s, ce qui convient au verre intelligent.

Auteur : Braun, T., Fischer, L.

Titre : Industrielle Produktion von Nano-WO_{2.9} für Wärmeschutz

Informations sur la publication : *Chemie Ingenieur Technik*, 2021, 93(5): 678-685

2.9 (taille des particules 50-100 nm, pureté > 99,95 %) dans un four rotatif est proposé, avec un taux de blocage infrarouge de > 90 %, adapté aux revêtements à économie d'énergie.

E.5 Références russes

Auteurs : Иванов, А.В. (Ivanov, AV), Петрова, Е.Н. (Petrova, FR)

Titre : Synthèse et propriétés de l'oxyde de nano-tungstène de haute pureté

Informations sur la publication : " Журнал неорганической химии ", 2018, 63(7): 892-899

Description : La méthode solvothermale a été utilisée pour préparer du WO₃ (taille des particules 30-60 nm, pureté > 99,9 %) pour la photocatalyse, avec une efficacité de dégradation de > 85 %.

Auteur : Смирнов, В.П. (Smirnov, vice-président)

Titre : Propriétés électrochromes du nano-WO₃

Informations sur la publication : " Физика Твёрдого тела ", 2020, 62(4): 567-573

Les propriétés électrochromes des nanoparticules de WO₃ (pureté > 99,95 %) ont été étudiées, avec un changement de transmittance de > 80 %, ce qui convient aux dispositifs d'affichage.

Auteur : Козлов, Д.А. (Kozlov, DA)

Titre : Production industrielle de nano-oxyde de tungstène

Informations sur la publication : " Химическая Технология ", 2019, 20(6): 245-252

Description : Une méthode de réduction de l'hydrogène est proposée pour produire du WO_{2.9} (taille des particules 50-80 nm, pureté > 99,9 %), qui convient aux matériaux réfractaires avec un rendement de > 90 %.

E.6 Références coréennes

Auteur : 김영훈 (Kim Young-Hoon), 박지영 (Park Ji-Young)

Titre : Le 나노 Le coréen Oui 광촉매 Synthèse et propriétés photocatalytiques de l'oxyde de nano-tungstène de haute pureté

Informations sur la publication : « 한국재료학회지 », 2020, 30(5) : 412-419

Les performances photocatalytiques du WO₃ (taille des particules 20-50 nm, pureté > 99,9 %) préparé par méthode hydrothermale ont été étudiées, avec un taux de production d'hydrogène de 450 μmol·g⁻¹·h⁻¹.

Auteur : 이수진 (Lee Soo-Jin)

Titre : 나노 WO₃ 의 2 성능 연구 (Etude sur les propriétés électrochromiques du nano-WO₃)

Informations sur la publication : « 한국화학공학회지 », 2021, 59(3) : 345-352

Les propriétés électrochromes des films minces de WO₃ (épaisseur 30 nm, pureté > 99,95%) sont étudiées, avec un temps de réponse < 4 s, ce qui convient aux fenêtres intelligentes.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

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

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

Auteur : 최민수 (Choi Min-Soo), 정현우 (Jung Hyun-Woo)

Titre : Mon petit poney 나노 Le 2 Production industrielle de nano-oxyde de tungstène pour la protection thermique

Informations sur la publication : « 산업화학회지 », 2019, 28(6) : 678-685

Description : Une méthode de séchage par atomisation est proposée pour préparer du WO₂ (taille des particules 40-80 nm, pureté > 99,9 %), avec un taux de blocage infrarouge > 90 %, ce qui convient au verre à économie d'énergie.



Annexe F : Liste des équipements et instruments nécessaires à la production d'oxyde de nano-tungstène de haute pureté

La liste des équipements et instruments nécessaires à la production d'oxyde de nano-tungstène de haute pureté (HP-WO₃ NP) est organisée par flux de processus, couvrant les équipements de base depuis la recherche et le développement en laboratoire jusqu'à la production à grande échelle :

1. Équipement de traitement et de synthèse des matières premières

Nom de l'appareil	utiliser	Paramètres clés/exemples de modèles
Balance analytique électronique	Pesage précis des précurseurs (tels que APT, AMT) et des additifs	Précision 0,1 mg (comme Mettler Toledo ME204)
Agitateur magnétique	Dissoudre les précurseurs et mélanger la solution réactionnelle	Fonction de chauffage, vitesse 0-2000 tr/min (comme IKA RCT)
Machine de nettoyage ultrasons	Accélérer la dissolution des précurseurs ou la dispersion des nanoparticules	Fréquence 40 kHz, puissance 500 W (comme Branson 5800)
Réacteur à haute pression	Synthèse hydrothermale de nano-oxyde de tungstène (environnement haute température et haute pression)	Résistance à la pression 20 MPa, température 300°C (comme Parr 4848)
système CVD	Dépôt chimique en phase vapeur de films minces ou de nanoparticules	Contrôle de zone multi-température, débitmètre de gaz (type Aixtron CCS)
Réacteur sol-gel	Méthode sol-gel pour synthétiser un sol précurseur	Agitation à température constante, protection par gaz inerte (tel que IKA RV10)

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

2. Équipement de séparation et de purification

Nom de l'appareil	utiliser	Paramètres clés/exemples de modèles
Centrifugeuse grande vitesse	à Séparation des nanoparticules de la solution réactionnelle	Vitesse de rotation $\geq 15\ 000$ tr/min (comme Thermo Scientific ST16)
Système de filtration sous vide	Collecte de nanoparticules travers un filtre	à Membrane filtrante résistante à la corrosion (telle que membrane PTFE de $0,22\ \mu\text{m}$)
Appareil de dialyse	Élimine les impuretés des petites molécules (telles que les ions, les solvants)	MWCO 1 kDa (par exemple membrane Spectra/Por®)
Colonne échangeuse d'ions	Purification des ions métalliques de la solution	Type de résine (par exemple Dowex 50WX8)

3. Équipement de séchage et de calcination

Nom de l'appareil	utiliser	Paramètres clés/exemples de modèles
Four de séchage sous vide	Sécher les nanoparticules à basse température pour éviter l'agglomération	Degré de vide ≤ 1 Pa, plage de température RT-200°C (tel que Binder VD)
Séchoir par pulvérisation	Séchage rapide et formation de microsphères uniformes (adapté à la production à grande échelle)	Température de l'air d'admission 200 °C, pression d'atomisation 0,5 MPa (comme Büchi B-290)
Four tubulaire	Cristallisation par calcination à haute température (telle que la conversion par déshydratation de $\text{WO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ en WO_3)	Température maximale 1200°C, contrôle de l'atmosphère (type Carbolite Gero)
Four à moufle	Calcination statique ou recuit	Uniformité de température $\pm 5^\circ\text{C}$ (par exemple Nabertherm L3)

4. Équipement de post-traitement et de dispersion

Nom de l'appareil	utiliser	Paramètres clés/exemples de modèles
Broyeur à boulets planétaire	Broyage et homogénéisation de nanoparticules (par exemple préparation de matériaux composites)	Vitesse de rotation 300 tr/min, broyeur à boulets en oxyde de zirconium (type FRITSCH P7)
Disperseur à ultrasons	Désagrégation d'agrégats de nanoparticules	Puissance 1000 W, fréquence 20 kHz (comme Sonics VCX750)
Homogénéisateur haute pression	Mise à l'échelle des suspensions de nanoparticules dispersées	de Pression ≥ 150 MPa (comme GEA Niro Soavi)

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

5. Instruments d'analyse et de caractérisation

Nom de l'instrument	utiliser	Paramètres clés/exemples de modèles
Diffractomètre à rayons X (DRX)	Analyse de la structure cristalline et de la pureté de phase	Cible Cu rayonnement $K\alpha$ (comme Bruker D8 Advance)
Microscopie électronique à balayage (MEB)	Observation de la morphologie et de la distribution de taille des nanoparticules	Résolution ≤ 1 nm (par exemple FEI Nova NanoSEM)
Microscopie électronique à transmission (MET)	Analyser la structure du réseau et les défauts des nanoparticules	Tension d'accélération 200 kV (comme JEOL JEM-2100)
Analyseur de surface BET	Détermination de la surface spécifique et de la porosité	Méthode d'adsorption d'azote (telle que Micromeritics ASAP 2460)
Analyseur de taille de particules laser	Détection de la distribution de taille des nanoparticules	Diffusion dynamique de la lumière DLS (par exemple Malvern Zetasizer)
Analyseur de surface XPS	Analyser la composition des éléments de surface et l'état chimique	Source monochromatique Al $K\alpha$ (telle que Thermo Scientific K-Alpha)
Analyseur thermogravimétrique (ATG)	Évaluer la stabilité thermique et le comportement de décomposition des matériaux	Plage de température RT-1000°C (comme TA Instruments Q50)

6. Équipements auxiliaires et installations de sécurité

Nom de l'appareil	utiliser
Système d'eau ultrapure	Fournir de l'eau déionisée de haute pureté (résistivité $\geq 18,2$ M Ω ·cm)
Système d'alimentation en gaz inerte	L'azote/argon protège l'environnement de réaction (pour éviter l'oxydation ou la contamination)
pH-mètre et conductimètre	Surveiller le pH et la concentration en ions de la solution réactionnelle
Hottes aspirantes et armoires antidéflagrantes	Manipulation sécuritaire des produits chimiques toxiques ou inflammables
Système de contrôle de la température	Contrôler précisément la température de réaction (comme un régulateur de température PID)
Système de pompe à vide	Fournir l'environnement sous vide requis pour le séchage et la filtration (comme une pompe à vide à palettes rotatives)

7. Équipements spéciaux pour la production à grande échelle

Nom de l'appareil	utiliser
Réacteur à flux continu	Synthèse continue à grande échelle de nanoparticules (amélioration de l'efficacité de la production)
Tour de séchage	Séchage industriel de nanopoudres (capacité de traitement ≥ 100 kg/jour)

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Nom de l'appareil	utiliser
par atomisation centrifuge	
Machine d'emballage automatique	Emballage étanche à l'humidité de la poudre d'oxyde de nano-tungstène (tel que l'emballage sous vide à l'azote)
Système de surveillance en ligne	Détection en temps réel du pH, de la température, de la pression et d'autres paramètres (tels que le module de contrôle PLC)

Notes clés

Adaptabilité du procédé : Différentes méthodes de synthèse (méthode hydrothermale, méthode sol-gel, CVD) nécessitent un équipement correspondant.

Contrôle de pureté : La contamination métallique doit être strictement évitée (par exemple en utilisant un réacteur revêtu de polytétrafluoroéthylène).

Exigences de sécurité : Les équipements à haute température et à haute pression doivent être équipés de soupapes de surpression et de dispositifs de verrouillage de sécurité.

Cette liste s'applique à l'ensemble du processus, de la recherche et développement en laboratoire à la production industrielle de masse. Le choix des équipements spécifiques doit être adapté aux exigences du procédé et au budget.

Liste de tous les équipements et instruments nécessaires à la production d'oxyde de nano-tungstène de haute pureté

Équipement et instrumentation à l'échelle du laboratoire (échelle 5 g)

Nom de l'appareil	Spécifications/Caractéristiques	utiliser	Référence du fournisseur
Réacteur à haute pression	100 ml, revêtement PTFE, pression 3 MPa, température maximale 250 °C	Méthode hydrothermale pour préparer le précurseur $WO_3 \cdot H_2O$, contrôle du pH et de la température de la réaction	Parr Instrument (États-Unis)
Agitateur magnétique	500 tr/min, avec chauffage (jusqu'à 300°C), précision $\pm 1^\circ C$	Dissoudre le tungstate de sodium et mélanger uniformément l'urée et l'acide chlorhydrique	IKA (Allemagne), Longyue Instruments (Chine)
Balance de précision	Portée 200 g, précision 0,001 g	Peser avec précision les matières premières telles que le tungstate de sodium et l'urée	Sartorius (Allemagne), Mettler-Toledo (Suisse)
pH-mètre	Précision $\pm 0,01$, avec étalonnage automatique	Ajuster le pH de la solution réactionnelle à 5,0	Hanna Instruments (Italie), Raymagnetic (Chine)
Pipette	Plage de 1 à 10 ml, précision $\pm 0,1 \%$	Ajouter avec précision de l'acide chlorhydrique pour ajuster le pH	Eppendorf (Allemagne), Gilson (États-Unis)

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Nom de l'appareil	Spécifications/Caractéristiques	utiliser	Référence du fournisseur
Centrifugeur	8000 tr/min, capacité 50 mL × 4, avec fonction de refroidissement	Séparation de la suspension précurseur WO ₃ · H ₂ O	Beckman Coulter (États-Unis), Xiangyi (Chine)
Machine de nettoyage ultrasons	à 500 W, 40 kHz, volume 10 L	Disperser les sédiments et éliminer les impuretés résiduelles	Branson (États-Unis), Kedao Ultrasound (Chine)
Four à vide	Température maximale 200°C, degré de vide <133 Pa, volume 50 L	Poudre sèche de WO ₃ à humidité < 0,2 %	Thermo Fisher (États-Unis), Shanghai Yiheng (Chine)
Four tubulaire	Température maximale 1000°C, diamètre du tube de quartz 50 mm, précision ±1°C	à WO ₂ dans une atmosphère H ₂ / Ar . 9	Carbolite Gero (Royaume-Uni), Hefei Kejing (Chine)
Contrôleur de débit de gaz	Plage de débit 0-100 mL/min, précision ±1%	Contrôle précis du débit de gaz mixte H ₂ /Ar	Alicat Scientific (États-Unis), Qixing Huachuang (Chine)
Bateau à quartz	Dimensions 100 mm × 30 mm, résistance à la température 1200°C	Contient de la poudre WO ₃ pour la réduction	MTI Corporation (États-Unis), Shanghai Jingan (Chine)
TEM	Résolution 0,2 nm, tension d'accélération 200 kV	Détection de la taille des particules WO _{2.9} (30-50 nm) et de la morphologie	JEOL (Japon), FEI (États-Unis)
Analyseur BET	Plage de surface 0,01-2000 m ² /g, précision ±1%	Détermination de la surface spécifique WO _{2.9} (35-40 m ² /g)	Micromeritics (États-Unis), Rayleigh North (Chine)
ICP-MS	Limite de détection < 1 ppb, gamme d'éléments Li-U	de pureté WO _{2.9} (Fe < 5 ppm, Na < 10 ppm)	Agilent (États-Unis), PerkinElmer (États-Unis)
DRX	Rayonnement Cu Kα, plage 2θ 5-90°, résolution 0,02°	Déterminer la phase cristalline de WO _{2.9} (par exemple phase monoclinique P2 ₁ /n)	Bruker (Allemagne), Rigaku (Japon)

Liste de tous les équipements et instruments nécessaires à la production d'oxyde de nano-tungstène de haute pureté

Équipement et instrumentation à l'échelle industrielle (100 kg/lot)

Nom de l'appareil	Spécifications/Caractéristiques	utiliser	Référence du fournisseur
Réacteur industriel	500 L, revêtement PTFE, agitation 200 tr/min, résistance à la pression 3 MPa	Méthode chimique par voie humide pour préparer une suspension de WO ₃ · H ₂ O, chauffée à 150 °C	Chemglass (États-Unis), Jiangsu Ruifeng (Chine)
Pompes doseuses	Débit 0-100 L/h, précision ±0,5%	Distribution précise d'ammoniac pour ajuster le pH à 7,5	Grundfos (Danemark), Nanfang Pump Industry (Chine)

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Nom de l'appareil	Spécifications/Caractéristiques	utiliser	Référence du fournisseur
Moniteur de pH en ligne	Précision $\pm 0,1$, résistance à la température 0-100°C	Surveillance en temps réel du pH dans le réacteur	Endress+Hauser (Suisse), Shanghai Boqu (Chine)
centrifugeuse industrielle	5000 tr/min, débit 50 L/min, fonctionnement continu	Séparation de la suspension $WO_3 \cdot H_2O$	Alfa Laval (Suède), Shanghai Lu Xiangyi (Chine)
Séchoir par pulvérisation	Air d'entrée 200°C, air de sortie 90°C, capacité de traitement 10 kg/h	WO_3 sec à humidité $< 0,2\%$	GEA (Allemagne), Changzhou Yibu (Chine)
four rotatif	Longueur 10 m, diamètre 1 m, max. 1000°C, vitesse 5 tr/min	WO_3 dans une atmosphère H_2 , taille du lot 20 kg	Harper International (États-Unis), Luoyang Thermal Engineering (Chine)
Débitmètre de gaz	Plage de débit 0-100 L/min, précision $\pm 1\%$	Contrôle du débit de H_2 et de N_2 (50 L/min et 20 L/min)	Brooks Instrument (États-Unis), Cologne (Allemagne)
Machine de criblage	200 mesh (75 μm), capacité de traitement 500 kg/h	WO_3 particules $> 75 \mu m$	Russell Finex (Royaume-Uni), Xinxiang Vibration (Chine)
Machine d'emballage	25 kg/sac, protection à l'azote, fermeture automatique	Sceller WO_3 dans un emballage scellé pour éviter l'oxydation	Bosch Packaging (Allemagne), Shanghai Tianli (Chine)
Moniteur de taille de particules en ligne	Diffusion laser, plage 10-500 nm, précision ± 5 nm	Détection en temps réel de la taille des particules de WO_3 (50-100 nm)	Malvern Panalytical (Royaume-Uni), Beckman (États-Unis)
XRF	Gamme d'éléments Na-U, limite de détection < 10 ppm	Analyse rapide des impuretés (Fe, Na) dans WO_3	Thermo Fisher (États-Unis), Shimadzu (Japon)
SEM	Résolution 1 nm, tension d'accélération 0,5-30 kV	Vérifier la morphologie et les caractéristiques de surface du WO_3	Hitachi (Japon), Zeiss (Allemagne)
Analyseurs de gaz	Détecte H_2 et NH_3 avec une précision de $\pm 0,1$ ppm	Surveiller les émissions d'échappement pour assurer la sécurité ($H_2 < 4\%$)	Dräger (Allemagne), Huarui (Chine)
Système de traitement des gaz d'échappement	Tour d'absorption, capacité de traitement 1000 m ³ /h, taux d'élimination de $NH_3 > 99\%$	Traiter les gaz résiduels H_2 et NH_3 pour respecter les normes d'émission ($NH_3 < 1$ ppm)	Nederman (Suède), Jiangsu Kexing (Chine)
Analyseur d'humidité	Précision $\pm 0,01\%$, plage 0-100 %	Détection de la teneur en humidité de WO_3 et $WO_3 \cdot H_2O$ ($< 0,2\%$)	Mettler Toledo (Suisse), Shanghai Precision (Chine)

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT



Annexe G : Base de données sur la morphologie et les propriétés des nanoparticules d'oxyde de tungstène de haute pureté (HP-WO₃ NP)

Cette base de données organise systématiquement la morphologie commune, les méthodes de préparation, les caractéristiques structurelles et les principaux paramètres de performance de l'oxyde de tungstène nanométrique de haute pureté. Combinant données expérimentales et publications scientifiques, elle fournit une analyse de corrélation entre morphologie et performance pour faciliter la conception des matériaux et le développement d'applications.

1. Classification morphologique et paramètres structurels

Type de morphologie	Méthode de préparation	Dimensions typiques	Surface spécifique (BET, m ² /g)	Structure des pores	Structure cristalline
Nanoparticules	Méthode Sol-Gel	20-50 nm	30-60	Hybride microporeux/mésoporeux	Phase monoclinique (m-WO ₃)
Nanofils	Méthode hydrothermale	Diamètre 10-30 nm, longueur 1-5 μm	50-100	Structure unidimensionnelle	Phase hexagonale (h-WO ₃)
Nanofeuilles	méthode CVD	Épaisseur 5-10 nm, taille latérale 200-500 nm	80-150	Empilement en couches	Phase monoclinique (m-WO ₃)
Nanosphères poreuses	Méthode de modèle (modèle dur)	Diamètre 100-300 nm	200-400	Mésoporeux (taille des pores 5-10 nm)	Composite amorphe/cristallisé
Structure noyau-	Dépôt de couche	Noyau : 50 nm, 100-200		Régulation de l'interface cœur-	Phase monoclinique

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Type de morphologie	Méthode de préparation	Dimensions typiques	Surface spécifique (BET, m ² / g)	Structure des pores	Structure cristalline
coquille	atomique (ALD)	enveloppe : 5 nm		coquille	(m-WO ₃)

2. Paramètres de performance clés

Catégorie de performance	Méthode d'essai	Données typiques	Dépendance de forme	Scénario d'application
Conductivité	Méthode des quatre sondes	Nanoparticules : 10 ⁻³ S/cm ; Nanofils : 10 ⁻² S/cm (Les lacunes en oxygène peuvent atteindre 10 ⁻¹ S/cm après régulation)	Les structures unidimensionnelles (nanofils) ont une meilleure conductivité	Appareils électroniques, capteurs
Bande interdite (par exemple)	Spectroscopie UV-Vis	Nanoparticules : 2,6-2,8 eV ; Nanofeuilles : 2,4-2,6 eV (effet de confinement quantique)	La réduction de la taille conduit à une bande interdite plus grande	Photocatalyse, photovoltaïque
Activité photocatalytique	Taux de dégradation de la rhodamine B (3h)	Nanosphères poreuses : 95 % ; nanoparticules : 70 %	La grande surface et la porosité augmentent l'activité	Purification de l'environnement
Performances de la batterie lithium-ion	Charge et décharge à courant constant	Anode nanofilaire : capacité initiale 693 mAh /g, Après 500 cycles, le taux de rétention est de 85 %	La structure unidimensionnelle atténue l'expansion du volume	Batteries de stockage d'énergie
Stabilité thermique	Analyse TGA (air)	Nanoparticules : perte de poids < 5 % (à 500 °C) ; Structure poreuse : perte de poids de 8 % (due aux résidus organiques)	Structure dense avec une meilleure stabilité thermique	Appareils à haute température
Réponse sensible au gaz (NO ₂)	Taux de changement de résistance (100 ppm)	Nanofeuille : Valeur de réponse (Ra/ Rg) = 15 (200°C)	Les facettes cristallines fortement exposées améliorent l'adsorption	Capteurs de gaz

3. Analyse de corrélation morphologie-performance

Objectifs d'optimisation des performances	Morphologie optimisée	Paramètres structurels clés	Mécanisme d'amélioration des performances
Haute conductivité	Structure nanofil/noyau-coquille	Concentration de lacunes en oxygène, rapport hauteur/largeur	La structure unidimensionnelle fournit un chemin de transport d'électrons continu et les lacunes d'oxygène augmentent la densité de porteurs

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Objectifs d'optimisation des performances	Morphologie optimisée	Paramètres structurels clés	Mécanisme d'amélioration des performances
Haute efficacité photocatalytique	Nanosphères/nanofeuilles poreuses	Surface spécifique > 200 m ² / g, distribution mésoporeuse	Une grande surface spécifique augmente les sites de réaction et les mésopores favorisent la diffusion des réactifs
Migration rapide des ions	Nanofeuilles/structures poreuses	Espacement intercouche > 0,7 nm, taille des pores ~ 5 nm	La structure en couches ouvertes accélère l'insertion/extraction des ions et les mésopores raccourcissent le chemin de diffusion
Haute stabilité mécanique	Nanoparticules/structures cœur-coquille	Taille des particules < 50 nm, enrobées	La petite taille réduit la concentration de contraintes et la structure noyau-coquille inhibe l'agglomération des particules.

4. Bibliothèque de cas d'application

Domaines d'application	Dispositifs spécifiques	Sélection de la morphologie	Indicateurs de performance
Dispositifs électrochromes	Fenêtre intelligente	Nanofils de tungstène violet (VTO)	Efficacité de coloration > 80 cm ² /C, durée de vie du cycle > 10 ⁴ fois
Séparation photocatalytique de l'eau	Photoanode	Nanosphères poreuses de WO ₃	Densité de photocourant 3,2 mA/cm ² (1,23 V vs. RHE)
Batterie lithium-ion	Matériaux d'anode	Nanofil WO ₃ @ composite de carbone	Taux d'expansion volumique < 10 %, densité énergétique 450 Wh /kg
Capteurs de gaz	puce de détection de NO ₂	Réseau de nanofeuilles WO ₃	Limite de détection 0,1 ppm, temps de réponse < 10 s (150 °C)

Cas d'application de l'oxyde de tungstène nanométrique de haute pureté (HP-WO₃ NP)

Couvrant des applications innovantes dans de multiples domaines, combinées aux dernières avancées de la recherche et au potentiel commercial, nous listons les derniers cas d'application comme suit :

1. Capteur et technologie de détection d'oxyde de nano-tungstène de haute pureté

Capteur d'éthanol en nano-oxyde de tungstène haute pureté.

L'oxyde de nano-oxyde de tungstène haute pureté (notamment sa structure en nanofeuillets) améliore considérablement la sensibilité et la vitesse de réponse des capteurs d'éthanol grâce à sa surface spécifique élevée et à son activité catalytique. Des études ont montré que l'oxyde de nano-oxyde de tungstène synthétisé par la méthode solvothermale présente d'excellentes performances

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

d'adsorption pour la détection d'éthanol, avec une limite de détection aussi basse que le ppm, ce qui est adapté à la sécurité alimentaire et à la surveillance médicale.

Le capteur de gaz en nano-oxyde de tungstène haute pureté présente une sélectivité élevée pour les gaz oxydants (tels que le NO₂ et l'O₂). Son mécanisme de variation de résistance permet de surveiller en temps réel les gaz nocifs présents dans les gaz d'échappement des automobiles et les gaz résiduels industriels, et, associé à un algorithme d'IA, d'optimiser la précision de détection et la capacité anti-interférence.

Détection biomédicale d'oxyde de nano-tungstène de haute pureté

Les propriétés de fluorescence de l'oxyde de nano-tungstène sont combinées à des points quantiques pour l'imagerie in vivo ou la détection de marqueurs de maladies, comme l'imagerie haute résolution par la lumière proche infrarouge pénétrant les tissus.

2. Technologie de stockage d'énergie et de batterie à base d'oxyde de nano-tungstène de haute pureté

Batterie lithium-ion à base d'oxyde de nanotungstène de haute pureté.

L'oxyde de nanotungstène utilisé comme matériau d'électrode négative, avec une petite taille de particules (50-80 nm) et une surface spécifique élevée (> 50 m²/g), améliore considérablement la capacité d'adsorption des ions lithium, porte la densité énergétique de la batterie à 450 Wh/kg et multiplie sa durée de vie par plus de 1 000. Sa structure rigide empêche efficacement l'expansion volumique pendant la charge et la décharge.

Batterie à l'état solide en oxyde de nano-tungstène de haute pureté

L'oxyde de nano-tungstène présente une stabilité thermique élevée (résistance à la température > 500 °C) et une inertie chimique, ce qui convient à l'optimisation de l'interface de l'électrolyte solide et améliore l'efficacité et la sécurité de la transmission des ions.

Les batteries à ions sodium/potassium en oxyde de tungstène nano de haute pureté

conviennent à l'intégration d'une variété d'ions de métaux alcalins, offrant la possibilité de systèmes de stockage d'énergie à faible coût, et ont atteint une capacité stable de 200 mAh/g en laboratoire.

3. Dispositifs d'affichage et optiques intelligents en nano-oxyde de tungstène de haute pureté

Les fenêtres électrochromes intelligentes en nano-oxyde de tungstène de haute pureté

permettent une modulation optique rapide (réponse < 1 seconde) et haute résolution (largeur de ligne < 4 μm) en régulant l'état d'oxydation du nano-oxyde de tungstène (comme le tungstène violet VTO). La technologie de lithographie directe développée par l'équipe de l'Université de Jilin permet à l'écran électrochrome de conserver 55,9 % de sa capacité de modulation optique après 3 600 cycles, ce qui le rend idéal pour les bâtiments intelligents et les toits ouvrants de voitures.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Écran AR/VR en nano-oxyde de tungstène de haute pureté

La haute transparence et la faible consommation d'énergie de l'oxyde de nano-tungstène offrent des solutions ultra-minces et flexibles pour les écrans proches de l'œil, améliorant le contraste des couleurs et la réponse dynamique des appareils de réalité.

4. Stockage de données et technologie des semi-conducteurs à base d'oxyde de nano-tungstène de haute pureté

La mémoire vive résistive (RRAM) en nano-oxyde de tungstène de haute pureté

utilise ce matériau comme support de stockage, qui modifie l'état de résistance par la formation et la rupture de filaments conducteurs. Sa densité de stockage atteint le To, et ses vitesses de lecture et d'écriture sont plus de dix fois supérieures à celles des mémoires flash traditionnelles. Elle est idéale pour les centres de données et les appareils mobiles.

La puce informatique de type cerveau en nano-oxyde de tungstène de haute pureté

utilise les propriétés mémristives de l'oxyde de tungstène pour simuler les synapses biologiques, construire des unités de calcul neuromorphiques à faible consommation d'énergie, prendre en charge l'accélération matérielle des algorithmes d'IA et a réalisé 10^{12} opérations synaptiques par seconde en laboratoire.

5. Ingénierie de l'environnement et des matériaux à base d'oxyde de nano-tungstène de haute pureté

Purification photocatalytique d'oxyde de nano-tungstène de haute pureté

L'oxyde de nano-tungstène poreux (surface spécifique $> 200 \text{ m}^2 / \text{g}$) peut dégrader efficacement les polluants organiques sous lumière ultraviolette (tels que le taux de dégradation de la rhodamine B $> 95 \%$), et est utilisé dans le traitement des eaux usées industrielles et la purification de l'air.

Film plastique résistant aux intempéries en oxyde de nano-tungstène de haute pureté

Le film plastique additionné d'oxyde de nano-tungstène améliore considérablement la résistance au vieillissement en bloquant les rayons ultraviolets (taux d'absorption $> 90 \%$) et les rayons infrarouges, et convient aux emballages extérieurs et aux serres agricoles.

Matériau de protection contre les rayons X en nano-oxyde de tungstène de haute pureté

Les particules d'oxyde de nano-tungstène de haute densité (taille des particules 30-100 nm) sont utilisées dans les vêtements de protection médicale et les couches de protection des installations nucléaires pour réduire le risque de fuite de rayonnement.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

6. Exploration des domaines émergents de l'oxyde de nano-tungstène de haute pureté

Écran à points quantiques en oxyde de nano-tungstène de haute pureté

L'oxyde de nano-tungstène est utilisé comme support de points quantiques pour développer un écran d'affichage à gamme de couleurs élevée avec une augmentation de 30 % de la pureté des couleurs, qui convient à la prochaine génération de téléviseurs ultra-haute définition.

La peau électronique flexible en oxyde de nano-tungstène de haute pureté

combine le substrat flexible avec l'effet piézoélectrique de l'oxyde de nano-tungstène pour obtenir une perception de signal multimodale telle que le toucher et la température, et est appliquée aux systèmes de rétroaction tactile des robots.

Catalyse énergétique de l'hydrogène à base d'oxyde de nano-tungstène de haute pureté

L'oxyde de nano-tungstène dopé avec des métaux (tels que Pt, Fe) est utilisé comme catalyseur de réaction d'évolution de l'hydrogène (HER) avec une densité de courant de 10 mA/cm² à 200 mV dans un environnement alcalin, favorisant la production à grande échelle d'hydrogène vert.

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT



Annexe H : FAQ sur l'oxyde de tungstène nanométrique de haute pureté

1. Relatif à la préparation

Q1 : Comment définit-on la « haute pureté » de l'oxyde de tungstène nanométrique de haute pureté ?

R1 : Il s'agit généralement d'une pureté $\geq 99,9\%$, d'une teneur en ions impurés (tels que Na^+ , K^+ , Cl^-) < 10 ppm et d'aucun autre dopage métallique (sauf exigences particulières du procédé).

Q2 : Quels sont les avantages et les inconvénients de la méthode hydrothermale et de la méthode sol-gel ?

A2 :

Méthode hydrothermale : La taille des particules est uniforme (20-50 nm), mais le coût de l'équipement est élevé (réacteur haute pression), adapté à la production en petits lots.

Méthode sol-gel : Elle permet de préparer des structures poreuses (surface spécifique $> 100 \text{ m}^2/\text{g}$), mais elle est facile à introduire des résidus organiques et nécessite une calcination à haute température pour la purification.

Q3 : Comment inhiber l'agglomération des nanoparticules ?

A3 :

Modification de surface : ajout de dispersants (tels que PVP, PEG).

Procédé de séchage : lyophilisation ou séchage au CO_2 supercritique.

Post-traitement : broyage à billes ou dispersion ultrasonique.

2. Détection et caractérisation

Q4 : Aucun pic de diffraction évident n'a été détecté lors du test de DRX. Quelle pourrait en

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

être la raison ?

A4 :

L'échantillon était amorphe (comme un produit sol-gel non calciné).

La taille des particules est trop petite (<5 nm), ce qui entraîne un élargissement des pics de diffraction.

Paramètres d'instrument incorrects (par exemple, vitesse de balayage trop rapide ou fente trop large).

Q5 : Le résultat du test de surface spécifique BET est anormalement bas. Comment résoudre ce problème ?

A5 :

Assurez-vous que l'échantillon est complètement dégazé (température ≥ 200 °C, temps > 6 h).

Éviter le colmatage des nanopores (éliminer complètement le gabarit ou le solvant résiduel lors du prétraitement).

Vérifier l'étalonnage de l'instrument (par exemple, vérifier à l'aide d'un étalon de gel de silice).

Q6 : Pourquoi y a-t-il une telle différence entre la taille des particules observée au MEB et celle obtenue par DLS ?

A6 :

Le SEM observe uniquement les particules à l'état sec, tandis que le DLS mesure la taille des particules hydratées en solution (qui est généralement plus grande).

L'effet d'agglomération entraîne des résultats DLS faussement élevés et un nouveau test est nécessaire après la dispersion ultrasonique.

3. Technologie d'application

Q7 : Comment améliorer la stabilité du cycle de l'oxyde de tungstène nanométrique dans les batteries lithium-ion ?

A7 :

Conception structurelle : préparer des structures cœur-coquille (telles que $\text{WO}_3 @\text{C}$) pour inhiber l'expansion du volume.

Optimisation des électrolytes : ajouter des additifs filmogènes (tels que le FEC) pour réduire les réactions secondaires.

Modification du dopage : introduction de Ti^{4+} ou Nb^{5+} pour stabiliser le réseau cristallin.

Q8 : Le dispositif électrochrome a une vitesse de réponse lente. Comment peut-on l'améliorer ?

R8 :

Sélection des matériaux : utiliser des nanofils de tungstène violet (VTO) pour raccourcir le chemin de diffusion des ions.

Optimisation de l'électrolyte : utilisez un électrolyte gel à haute conductivité ionique (tel que PEO- LiClO_4).

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Ingénierie d'interface : dépôt ALD de couches conductrices ultra-minces (telles que l'ITO) pour réduire l'impédance de l'interface.

Q9 : Quelle est la raison possible de la faible efficacité de la dégradation photocatalytique ?

A9 :

Inadéquation de la bande interdite : choisissez un matériau dopant avec une bande interdite plus étroite (comme N-WO₃, E_g≈2,4 eV).

Recombinaison de porteurs : construction d'hétérojonctions (telles que WO₃ / TiO₂) pour favoriser la séparation des charges.

Sites actifs insuffisants : augmentation de la structure mésoporeuse (diamètre des pores 5-10 nm) ou défauts de surface.

4. Sécurité et stockage

Q10 : L'oxyde de tungstène nanométrique est-il biologiquement toxique ?

R10 : Les recherches actuelles montrent que sa toxicité est inférieure à celle du ZnO nanométrique ou du TiO₂ nanométrique, mais il convient d'éviter toute inhalation ou tout contact direct. Il est recommandé de porter un masque N95 et des gants en nitrile lors de l'utilisation.

Q11 : Comment prévenir l'oxydation ou la déliquescence lors d'un stockage de longue durée ?

A11 :

Emballage scellé : remplissage sous vide d'azote ou utilisation d'un dessiccant (tel que du gel de silice).

Contrôle environnemental : Température de stockage < 25°C, humidité < 40% HR.

Protéger de la lumière : Conserver dans un flacon en verre brun à l'abri de la lumière.

5. Coût et industrialisation

Q12 : Quel est le principal obstacle financier à la production à grande échelle ?

A12 :

Coût des matières premières : L'APT (paratungstate d'ammonium) de haute pureté est plus cher.

Consommation d'énergie : La consommation d'énergie du procédé hydrothermal/calcination représente 30 à 50 % du coût de production.

Technologie de dispersion : un équipement spécial (tel qu'un homogénéisateur haute pression) est nécessaire pour éviter l'agglomération.

Q13 : Comment réduire le cycle de R&D ?

A13 :

Criblage à haut débit : combiné à l'apprentissage automatique pour prédire les paramètres de synthèse optimaux (tels que la température, le pH).

Processus standardisé : utiliser des dispositifs de réaction modulaires (tels que des puces

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

microfluidiques) pour accélérer la transition des essais à petite échelle aux essais à l'échelle pilote.

VI. Questions frontalières

Q14 : L'oxyde de nano-tungstène peut-il être utilisé pour l'informatique quantique ?

A14 : Actuellement au stade exploratoire, ses lacunes d'oxygène peuvent être utilisées comme porteurs de bits quantiques, mais le problème du temps de décohérence court (< 1 ns) doit être résolu.

Q15 : Quels sont les défis applicatifs de l'électronique flexible ?

A15 :

Stabilité mécanique : Liaison interfaciale insuffisante entre les nanoparticules et les substrats flexibles tels que le PDMS.

Perte de conductivité : le réseau conducteur se rompt facilement lors de la flexion et des matériaux composites auto-cicatrisants doivent être développés.

7. Optimisation approfondie du processus de préparation

Q16 : Comment contrôler précisément la morphologie du nano-oxyde de tungstène par dépôt chimique en phase vapeur (CVD) ?

A16 :

Paramètres de contrôle :

Gradient de température : La température du substrat ($400-600^{\circ}\text{C}$) détermine la densité de nucléation (plus la température est élevée, plus les particules sont denses).

Rapport gaz : Le rapport WF_6 / O_2 contrôle le degré d'oxydation (un rapport faible tend à générer $\text{WO}_{2.9}$, tandis qu'un rapport élevé génère WO_3).

Sélection du substrat : Les substrats en silicium monocristallin ou en saphir peuvent induire une croissance directionnelle (comme les réseaux de nanofils).

Q17 : Lors de la synthèse de structures poreuses par la méthode du gabarit, comment éviter la contamination par des résidus de gabarit ?

A17 :

Gabarit dur (tel que SiO_2) : Gravure avec une solution de HF à 5 %. Le temps de gravure doit être contrôlé (≤ 30 min) pour éviter une corrosion excessive.

Modèle souple (tel que CTAB) : Plusieurs lavages centrifuges à l'éthanol (≥ 5 fois) combinés à une calcination à haute température (500°C , 2 h) pour décomposer la matière organique.

8. Techniques d'analyse avancées

Q18 : Comment analyser quantitativement la concentration en oxygène vacant par XPS ?

A18 :

Ajustement du pic : Le pic O 1s est décomposé en oxygène du réseau ($530,1$ eV), lacune d'oxygène ($531,5$ eV) et oxygène adsorbé ($532,8$ eV).

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Rapport de calcul : rapport de manque d'oxygène = (surface du pic de manque d'oxygène) / (surface totale du pic d'oxygène) × 100 %, l'erreur doit être contrôlée à ± 3 %.

Q19 : Comment résoudre le problème de flou des franges du réseau lors de l'observation au microscope électronique en transmission ?

A19 :

Préparation des échantillons : Temps de dispersion ultrasonique ≤ 10 min pour éviter la casse des particules.

Paramètres d'imagerie : mode faible dose ($\leq 50 \text{ e}^- / \text{Å}^2$) et tension d'accélération de 200 kV ont été sélectionnés.

Post-traitement : utilisez le filtrage FFT pour supprimer le bruit et améliorer le contraste du réseau.

9. Scénarios d'application émergents

Q20 : Quel est le problème de performance de l'oxyde de nanotungstène dans les supercondensateurs ?

R20 :

Faible conductivité : Le revêtement en carbone (tel que le composite de graphène) peut augmenter la conductivité jusqu'à 10^2 S/m .

Atténuation du cycle : En concevant une structure poreuse tridimensionnelle (taille des pores de 2 à 5 nm) pour soulager la contrainte d'intégration des ions, la capacité est conservée à > 90 % après 10 cycles.

Q21 : Peut-on l'utiliser pour les films conducteurs transparents (TCO) ?

A21 :

Optimisation du dopage : film WO_3 dopé avec 5% Mo, transmittance de la lumière visible > 80%, résistance de feuille < $50 \Omega/\text{sq}$ (épaisseur 100 nm).

Adaptation flexible : structure multicouche $\text{WO}_3 / \text{Ag} / \text{WO}_3$ pulvérisée sur substrat PET, changement de résistance < 5 % après 500 pliages.

Q22 : Quel est le potentiel de la thérapie photothermique ?

A22 :

Absorption proche infrarouge : L'efficacité de conversion photothermique du tungstène bleu (BTO) sous laser 808 nm est de 45 %, ce qui est supérieur à celui des nanobâtonnets d'or ($\approx 30\%$).

Biocompatibilité : Après modification de surface avec du PEG, le taux de survie cellulaire était > 95 % (concentration $\leq 100 \mu\text{g} / \text{mL}$).

10. Environnement et réglementation

Q23 : Comment traiter les déchets d'oxyde de nanotungstène ?

A23 :

Récupération par dissolution acide : Après dissolution avec HNO_3 concentré (65%), le tungstène

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

est extrait par échange d'ions (taux de récupération > 90%).

Décharge de déchets solides : nécessite un traitement de solidification (ajout de matériaux à base de ciment) et est conforme aux « Normes de contrôle de la pollution des décharges de déchets dangereux ».

Q24 : Quelles sont les restrictions concernant l'oxyde de nanotungstène dans le cadre du règlement REACH de l'UE ?

A24 :

Enregistrement : Une production annuelle ≥ 1 tonne est requise pour soumettre des données de sécurité sur les nanomatériaux (y compris l'évaluation toxicologique).

Étiquetage : L'emballage doit être marqué « Nano » (taille des particules < 100 nm) et fournir des documents MSDS.

11. Défis particuliers liés aux processus

Q25 : Comment obtenir une production monodispersée et continue de nano-oxyde de tungstène ?

A25 :

Technologie microfluidique : Utilisation d'un réacteur à canal T (rapport de débit 1:3), contrôle en temps réel du pH et de la température, et écart de taille des particules de sortie $\leq \pm 5\%$.

Contrôle automatisé : surveillance DLS en ligne intégrée et réglage en retour des paramètres de réaction (tels que la puissance des ultrasons).

Q26 : Comment éviter le frittage des particules causé par la calcination à haute température ?

A26 :

Chauffage par étapes : pré-combustion à 300°C pendant 2 h (pour éliminer la matière organique), puis montée en température jusqu'à la température cible (ex : 600°C).

Protection de l'atmosphère : Calcination dans un gaz mixte Ar /H₂ (95/5) pour inhiber l'accumulation excessive de lacunes d'oxygène en surface.

12. Intégration interdisciplinaire

Q27 : Comment l'IA contribue-t-elle à la conception inverse de l'oxyde de nanotungstène ?

A27 :

Modélisation pilotée par les données : Un réseau neuronal est formé à partir d'une base de données bibliographique pour prédire l'effet des éléments dopants sur la bande interdite (erreur < 0,1 eV).

Expériences à haut débit : Associées à une plateforme robotisée, plus de 100 conditions de synthèse (telles que des combinaisons de pH et de température) peuvent être criblées chaque semaine.

Q28 : Quel est son rôle dans les cellules solaires à pérovskite ?

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

A28 :

Couche de transport de trous : les nanoparticules de WO_3 ont remplacé le Spiro- OMeTAD et l'efficacité du dispositif est passée de 18 % à 21 % (stabilité > 1 000 h).

Passivation d'interface : supprime les défauts de la couche de pérovskite et réduit la recombinaison non radiative.

13. Application dans des conditions extrêmes

Q29 : Quelle est la stabilité de l'oxyde de tungstène nanométrique dans un environnement à haute température (> 800 °C) ?

A29 :

Risque de transition de phase : La phase monoclinique (m- WO_3) se transforme en phase tétragonale (t- WO_3) au-dessus de 800°C, entraînant une dégradation des performances.

Solution : Le revêtement Al_2O_3 (épaisseur 2-5 nm) peut retarder la transition de phase jusqu'à 1000°C.

Q30 : Peut-on l'utiliser pour protéger les sondes spatiales contre les radiations ?

A30 :

Propriétés des matériaux à haute valeur Z : Le numéro atomique du tungstène ($Z=74$) peut absorber efficacement les rayons X/gamma (le coefficient d'atténuation est 20 % supérieur à celui du plomb).

Conception légère : La structure nanoporeuse (porosité > 50%) réduit le poids de 40% avec la même efficacité de blindage.

14. Marché et commercialisation

Q31 : Quel est le prix actuel du nano-oxyde de tungstène sur le marché ?

A31 :

Qualité laboratoire : pureté 99,9 %, taille des particules 50 nm, environ 200-500 \$/g (commander au gramme).

Qualité industrielle : pureté 99 %, taille des particules 100-200 nm, environ 50-100 \$/kg (achat à la tonne).

Q32 : Quelles entreprises ont industrialisé le nano-oxyde de tungstène ?

A32 :

International : Inframat des États-Unis, Showa Denko du Japon.

National : CTIA GROUP, Chine Tungsten High-tech.

15. Perspectives technologiques futures

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Q33 : Quelles sont les applications potentielles du nano-oxyde de tungstène dans les communications 6G ?

A33 :

Modulateur térahertz : utilise sa réponse optique non linéaire pour obtenir une modulation à grande vitesse des signaux de bande de fréquence 6G (0,1-1 THz).

Matériaux de gestion thermique : une conductivité thermique élevée ($\approx 30 \text{ W/m}\cdot\text{K}$) est utilisée pour dissiper la chaleur des puces de station de base et améliorer la fiabilité de l'équipement.

Q34 : Quelles sont les dernières avancées en matière de dispositifs cérébraux ?

A34 :

Réseaux neuronaux pulsés : les réseaux de memristors WO_3 atteignent une précision de $> 95 \%$ dans la reconnaissance des chiffres manuscrits (la consommation d'énergie est inférieure de 3 ordres de grandeur à celle du CMOS).

Stockage multi-états : grâce à la régulation du gradient de lacune en oxygène, un seul appareil peut atteindre 32 états de résistance (stockage 5 bits).

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

CTIA GROUP LTD High Purity Nano Tungsten Oxide

Nano Tungsten Oxide produced by CTIA GROUP LTD has a purity of $\geq 99.9\%$ and a particle size of 10-100 nm. It has excellent photocatalytic, electrochromic and thermal shielding properties and is a yellow (WO_3), blue ($WO_{2.9}$) or purple ($WO_{2.72}$) powder.

High Purity Nano Tungsten Oxide

Project	Details	
Product Specifications	Purity: $\geq 99.9\%$ (optional 99.95%, 99.99%, 99.999%); Particle size: 10-100 nm (customizable); Specific surface area: 20-50 m ² / g	
Performance characteristics	High purity (impurities <10 ppm); band gap 2.4-2.8 eV (WO_3), infrared blocking >90% ($WO_{2.9}$); photocatalytic hydrogen production rate 450 $\mu\text{mol}\cdot\text{g}^{-1}\cdot\text{h}^{-1}$; transmittance change >80%, response <5 s	
Application Areas	Photocatalysis; electrochromism (smart windows); thermal shielding (energy-saving glass); gas sensors (NO_2 , NH_3); energy storage (batteries)	
Storage safety	Store in a cool and dry place, sealed and away from sunlight; avoid inhaling dust, wear a mask and gloves when operating, and dispose of waste in accordance with regulations	
Package	5 g, 25 g (laboratory), 1 kg, 25 kg (industrial)	
Order Quantity	Minimum order: 5g (laboratory)/1 kg (industrial); 3-5 days for delivery if in stock, 2-3 weeks for customization; worldwide delivery (DHL/FedEx).	
Advantages	For large orders, delivery period must be completed after the contract is signed, including application for dual-use item licenses.	
Advantages	30 years of professional experience, ISO 9001 RMI certification. Support flexible customization and fast response.	
Impurities	Limit value / ppm	illustrate
Iron	≤ 10	Affects conductivity and optical properties, requires pickling or magnetic separation control
Sodium	≤ 5	Source: Sodium tungstate, affects the lattice and electrochromic properties, removed by ion exchange
Molybdenum	≤ 10	Tungsten ore is associated with tungsten, which affects the catalytic activity and needs to be refined and purified
Silicon	≤ 5	Source quartz equipment, affects particle uniformity, requires high-purity equipment
Aluminum	≤ 5	Source container, affects thermal stability, needs to avoid contamination
Calcium	≤ 5	Affects the stability of the crystal phase and requires precursor purification
Magnesium	≤ 5	Reduce catalytic efficiency and need to be purified and removed
Purity benchmark: Applicable to purity $\geq 99.9\%$, ultra-high purity (99.99%) has lower limits (such as Fe, Na ≤ 1 ppm). Detection method: ICP-MS (<1 ppb), XRF. Source: GB/T 41336-2022, American Elements, Stanford Advanced Materials. Application impact: Fe and Mo affect photocatalysis; Na and Cl affect electrochromism; Cu and Pb affect semiconductors. Control: Precursor purification, high purity equipment, optimized reduction process.		

COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Project	Details	
Copper	≤2	Affects the performance of electronic devices and requires ultra-high purity process control
Lead	≤2	Heavy metals affect safety and need to be strictly controlled
Carbon C	≤50	The source is organic matter or reduction, which affects the optical properties and needs to be removed by heat treatment
Sulfur	≤20	Originated from sulfuric acid, affects chemical stability and needs to be cleaned and removed
Chlorine	≤10	Source of chloride, affects purity, requires rinsing control

Procurement Information

Tel: +86 592 5129696 Email: sales@chinatungsten.com

Website: <http://www.tungsten-powder.com>(product details, comments)



COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

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

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