



www.chinatungsten.com

www.chinatungsten.com

**COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**

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

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

## Vollständiger Leitfaden zu hochreinem Nano-Wolframoxid

中钨智造科技有限公司

CTIA GROUP LTD

CTIA GROUP LTD

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

### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

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

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

## EINFÜHRUNG IN DIE CTIA GROUP

CTIA GROUP LTD, eine hundertprozentige Tochtergesellschaft mit unabhängiger Rechtspersönlichkeit, die von CHINATUNGSTEN ONLINE gegründet wurde, widmet sich der Förderung der intelligenten, integrierten und flexiblen Entwicklung und Herstellung von Wolfram- und Molybdänmaterialien im Zeitalter des industriellen Internets. CHINATUNGSTEN ONLINE, gegründet 1997 mit [www.chinatungsten.com](http://www.chinatungsten.com) als Ausgangspunkt – Chinas erster erstklassiger Website für Wolframprodukte – ist das bahnbrechende E-Commerce-Unternehmen des Landes mit Fokus auf die Wolfram-, Molybdän- und Seltene Erden-Industrien. CTIA GROUP nutzt fast drei Jahrzehnte umfassende Erfahrung in den Bereichen Wolfram und Molybdän, erbt die außergewöhnlichen Entwicklungs- und Fertigungskapazitäten, die erstklassigen Dienstleistungen und den weltweiten Ruf ihres Mutterunternehmens und wird so zu einem umfassenden Anbieter von Anwendungslösungen in den Bereichen Wolframchemikalien, Wolframmetalle, Hartmetalle, hochdichte Legierungen, Molybdän und Molybdänlegierungen.

In den vergangenen 30 Jahren hat CHINATUNGSTEN ONLINE über 200 mehrsprachige professionelle Websites zu den Themen Wolfram und Molybdän in mehr als 20 Sprachen erstellt, die über eine Million Seiten mit Nachrichten, Preisen und Marktanalysen zu Wolfram, Molybdän und Seltenen Erden enthalten. Seit 2013 wurden auf dem offiziellen WeChat-Konto „CHINATUNGSTEN ONLINE“ über 40.000 Informationen veröffentlicht, die fast 100.000 Follower erreichen und täglich Hunderttausenden von Branchenexperten weltweit kostenlose Informationen bieten. Mit Milliarden von Besuchen auf seinem Website-Cluster und seinem offiziellen Konto hat sich das Unternehmen zu einer anerkannten globalen und maßgeblichen Informationsdrehscheibe für die Wolfram-, Molybdän- und Seltene Erden-Branche entwickelt, die rund um die Uhr mehrsprachige Nachrichten, Informationen zu Produktleistung, Marktpreisen und Markttrends bietet.

Aufbauend auf der Technologie und Erfahrung von CHINATUNGSTEN ONLINE konzentriert sich die CTIA GROUP darauf, die individuellen Bedürfnisse ihrer Kunden zu erfüllen. Mithilfe von KI-Technologie entwickelt und produziert sie gemeinsam mit ihren Kunden Wolfram- und Molybdänprodukte mit spezifischen chemischen Zusammensetzungen und physikalischen Eigenschaften (wie Partikelgröße, Dichte, Härte, Festigkeit, Abmessungen und Toleranzen). Das Angebot umfasst integrierte Dienstleistungen für den gesamten Prozess, vom Formenöffnen und der Probeproduktion bis hin zur Veredelung, Verpackung und Logistik. In den letzten 30 Jahren hat CHINATUNGSTEN ONLINE weltweit über 130.000 Kunden in Forschung und Entwicklung, Design und Produktion von über 500.000 Arten von Wolfram- und Molybdänprodukten unterstützt und so den Grundstein für eine maßgeschneiderte, flexible und intelligente Fertigung gelegt. Auf dieser Grundlage vertieft die CTIA GROUP die intelligente Fertigung und integrierte Innovation von Wolfram- und Molybdänmaterialien im Zeitalter des industriellen Internets weiter.

Dr. Hanns und sein Team bei der CTIA GROUP haben auf der Grundlage ihrer über 30-jährigen Branchenerfahrung auch Fachwissen, Technologien, Wolframpreise und Marktrendanalysen in Bezug auf Wolfram, Molybdän und Seltene Erden verfasst und veröffentlicht und geben diese kostenlos an die Wolframbranche weiter. Dr. Han, mit über 30 Jahren Erfahrung seit den 1990er Jahren im E-Commerce und internationalen Handel mit Wolfram- und Molybdänprodukten sowie in der Entwicklung und Herstellung von Hartmetallen und hochdichten Legierungen, ist im In- und Ausland ein renommierter Experte für Wolfram- und Molybdänprodukte. Getreu dem Grundsatz, der Branche professionelle und qualitativ hochwertige Informationen zu liefern, verfasst das Team der CTIA GROUP kontinuierlich technische Forschungsarbeiten, Artikel und Branchenberichte auf Grundlage der Produktionspraxis und der Kundenbedürfnisse und findet dafür breite Anerkennung in der Branche. Diese Erfolge stellen eine solide Unterstützung für die technologische Innovation, die Produktförderung und den Branchenaustausch der CTIA GROUP dar und verhelfen ihr zu einem führenden Unternehmen in der globalen Herstellung von Wolfram- und Molybdänprodukten sowie bei Informationsdienstleistungen.



### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

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

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



## Inhalt

### Vorwort

Zweck und Zielgruppe

Forschungs- und Anwendungsbedeutung von hochreinem Nano-Wolframoxid

Buchstruktur und Gebrauchsanleitung

### Abkürzungen und Symbole

Häufig verwendete Abkürzungen (wie  $WO_{2.9}$ , BTO, APT)

Physikalische und chemische Symbole und Einheiten

### Text

#### Kapitel 1 Einleitung

1.1 Geschichte und Entdeckung von hochreinem Nano-Wolframoxid

1.2 Klassifizierung von nichtstöchiometrischem Wolframoxid ( $WO_3$ ,  $WO_{2.9}$ ,  $WO_{2.72}$ ,  $WO_2$ )

1.3 Der Status von hochreinem Nano-Wolframoxid in der Wolfram-Industriekette 1.4 Aktueller Stand und Trends in Forschung und Anwendung 1.5 Umfang und Ziele dieses Buches

#### Kapitel 2 Grundlegende Eigenschaften von hochreinem Nano-Wolframoxid

2.1 Chemische Zusammensetzung und nichtstöchiometrische Eigenschaften

##### 2.1.1 Chemische Formel und Sauerstoff-Wolfram-Verhältnis

$WO_{2.9}$  und Sauerstoffgehaltsbereich (19,0-19,5 Gew.-%)

Vergleich mit  $WO_3$ ,  $WO_{2.72}$ ,  $WO_2$

##### 2.1.2 Bildungsmechanismus des nichtstöchiometrischen Verhältnisses

Entstehung und Stabilität von Sauerstoffleerstellen

### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Auswirkungen stöchiometrischer Abweichungen auf die Leistung

### 2.1.3 Verunreinigungen und Reinheitskontrolle

Häufige Quellen für Verunreinigungen (Fe, Mo, Si)

## 2.2 Kristallstruktur

und Sauerstoffdefektmechanismus

### 2.2.1 Kristallstrukturtyp

Strukturelle Eigenschaften der monoklinen Phase ( $P2_1/n$ )

Strukturelle Unterschiede zu  $WO_3$

### 2.2.2 Mikroskopische Verteilung von Sauerstoffleerstellen

Arten von Punktdefekten und Oberflächendefekten

Berechnung der Sauerstoffleerstellendichte ( $10^{19} - 10^{21} \text{ cm}^{-3}$ )

### 2.2.3 Methoden zur Strukturcharakterisierung

Charakteristische Peakanalyse von XRD- und Raman-Spektren

Zusammenhang zwischen Gitterparametern und Defekten

### 2.2.4 Thermische Stabilität und Phasenwechsel

Einfluss der Temperatur auf die Kristallstruktur (stabil bei  $<600 \text{ }^\circ\text{C}$ )

## 2.3 Physikalische Eigenschaften von Phasenübergängen während der Oxidation und Reduktion

### 2.3.1 Bandlückenenergie

Bandlückenbereich von  $WO_{2.9}$  (2,4-2,8 eV)

Regulationsmechanismus von Sauerstoffdefekten auf die Bandlücke

Charakteristische Absorption von UV-Vis-Spektren

### 2.3.2 Spezifische Oberfläche und Partikelgröße

$\text{m}^2/\text{g}$  im Mikronbereich (10-50  $\mu\text{m}$ ) und Nanobereich (50-100 nm)

Einfluss der Partikelgrößenverteilung auf die Leistung

### 2.3.3 Morphologische Merkmale

Gängige Morphologien (Nanopartikel, Nanostäbe, dünne Filme)

Thermodynamik und Kinetik der Morphologiebildung

### 2.3.4 Optische Eigenschaften

Ursache der Farbe (dunkelblau)

Lichtabsorptions- und Reflexionseigenschaften

### 2.3.5 Thermische und mechanische Eigenschaften

Wärmeleitfähigkeit und Wärmeausdehnungskoeffizient

## 2.4 Mechanische Festigkeit von Nanostrukturen

### 2.4.1 Oxidationszustand und Reaktivität

Gemischte Oxidationsstufen von  $W^{5+} / W^{6+}$

Reaktivität mit  $O_2$  und  $H_2$

### 2.4.2 Oberflächenchemie und aktive Zentren

Katalytische Wirkung von Oberflächensauerstoffdefekten

Adsorptionsleistung ( $H_2O$ ,  $CO_2$ ,  $NO_2$ )

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

### 2.4.3 Leitfähigkeit und elektrochemische Eigenschaften

Leitfähigkeitsbereich ( $10^{-3}$  -  $10^{-2}$  S/cm)

Elektronentransfer bei elektrochemischen Reaktionen

### 2.4.4 Korrosionsbeständigkeit und Stabilität

Stabilität in sauren und alkalischen Umgebungen

Oxidationsrisiko bei Langzeitlagerung

### 2.5 Nanoeffekte auf die Leistung

#### 2.5.1 Physikalische Grundlagen des Größeneffekts

Quantenbeschränkung und Oberflächeneffekte

Bandlückenregulierung durch Nanometergröße

#### 2.5.2 Mechanismus zur Leistungssteigerung

Verbesserte photokatalytische Effizienz ( $>400 \mu\text{mol} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{h}^{-1}$ )

Optimierung der elektrochromen und Energiespeicherleistung

#### 2.5.3 Herausforderungen der Nanoskalierung

Agglomerations- und Dispersionsprobleme

Die Balance zwischen Vorbereitung und Anwendung

## Kapitel 3 Herstellungstechnologie für hochreines Nano-Wolframoxid

### 3.1 Einteilung und Übersicht der Herstellungsverfahren

#### 3.2 Gasphasenverfahren (CVD, PVD)

##### 3.2.1 Verfahrensprinzipien und -parameter

##### 3.2.2 Vor- und Nachteile sowie Anwendungsszenarien

#### 3.3 Flüssigphasenverfahren (Hydrothermalverfahren, Solvothermalverfahren, Elektrochemische Reduktion)

##### 3.3.1 Detaillierte Erklärung des hydrothermalen Prozesses

##### 3.3.2 Morphologiekontrolle durch Solvothermalverfahren

##### 3.3.3 Umweltvorteile der elektrochemischen Reduktion

#### 3.4 Festphasenmethode (Wasserstoffreduktion, plasmaverstärkt)

##### 3.4.1 Optimierung des Wasserstoffreduktionsprozesses

##### 3.4.2 Plasmagestützte Schnellsynthese

#### 3.5 Herausforderungen und Lösungen der Nanotechnologie 3.6 Vergleich zwischen Labor- und Industrieherstellung

## Kapitel 4 Nachweis und Charakterisierung von hochreinem Nano-Wolframoxid

### 4.1 Übersicht über die Detektionstechnologie

#### 4.2 Analyse der chemischen Zusammensetzung (XRF, ICP-MS, Bestimmung des Sauerstoffgehalts)

#### 4.3 Charakterisierung der Kristallstruktur (XRD, Raman-Spektroskopie)

#### 4.4 Analyse der Morphologie und Partikelgröße (SEM, TEM, Partikelgrößenanalysator)

#### 4.5 Prüfung der physikalischen Eigenschaften (BET, UV-Vis, Leitfähigkeit)

#### 4.6 Standards und Prozesse der Qualitätssicherung

#### 4.7 Häufige Probleme und Lösungen

### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

## Kapitel 5 Produktionstechnologie für hochreines Nano-Wolframoxid

### 5.1 Herstellung im Labormaßstab (5 g, Rohrofenverfahren)

#### 5.1.1 Prozessablauf und Parameter

#### 5.1.2 Anforderungen an Ausrüstung und Instrumente

### 5.2 Produktion im industriellen Maßstab (100 kg/Charge, Drehrohrverfahren)

#### 5.2.1 Prozessgestaltung und -ablauf

Verfahrensprinzip und Reaktionsmechanismus

Prozessübersicht und Gerätelayout

#### 5.2.2 Prozessparameteroptimierung

Temperaturregelung (650-750°C)

Wasserstoffdurchfluss und -verhältnis (5-10 m<sup>3</sup>/h)

Ofengeschwindigkeit und Verweilzeit (1-2 U/min, 4-6 h)

Fördermengenregulierung (50-100 kg/h)

Echtzeitüberwachung und Feedback

#### 5.2.3 Automatisierungs- und Steuerungssysteme

SPS-Systemintegration und Funktionalität

Sensorkonfiguration (Temperatur, Durchfluss, Druck)

Fernbedienung und Datenprotokollierung

#### 5.2.4 Energieverbrauchsmanagement und -optimierung

Geschätzter Energieverbrauch (2-3 kWh/kg)

Abwärmerückgewinnung und Energieauswahl

Dämmoptimierung und Effizienzsteigerung

#### 5.2.5 Chargenkonsistenz und Qualitätskontrolle

Konsistenzmaßnahmen

### 5.3 Qualitätsprüfungsprozess und Ausnahmebehandlung

Rohstoffauswahl und Vorbehandlung

#### 5.3.1 Rohstoffarten und Anforderungen

APT- und WO<sub>3</sub>-Spezifikationen

Quelle und Recycling

#### 5.3.2 Vorbehandlungsprozess

Brechen und Sieben

Vorwärmen zum Entfernen von Wasser und NH<sub>3</sub>

Qualitätsprüfstandards

#### 5.3.3 Lagerung und Transport

Lagerbedingungen (verschlossen, feuchtigkeitsgeschützt)

### 5.4 Behandlung von Abgasen und Nebenprodukten

#### 5.4.1 Abgaszusammensetzung und -quellen

NH<sub>3</sub>, Wasserdampf, Rest-H<sub>2</sub>

#### 5.4.2 Behandlungsprozess

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

- Sprühurmabsorption ( 2 M NaOH)
- Aktivkohleadsorption und Emissionskontrolle
- 5.4.3 Rückgewinnung und Nutzung von Nebenprodukten
- NH<sub>3</sub>-Recycling für die Düngemittelproduktion
- Recycling von Wolfram-Reststoffen
- 5.4.4 Umweltstandards und -überwachung
- Emissionsgrenzwert (NH<sub>3</sub> < 10 ppm)
- 5.5 Anforderungen an die Produktionssicherheit und den Umweltschutz für Online-Überwachungssysteme
- 5.5.1 Sicherheitsmaßnahmen
- H<sub>2</sub>-Leckprävention und Notfallplan
- Explosionengeschützte Geräte und Brandschutzsysteme
- 5.5.2 Umweltschutzstandards
- Ziele für Kohlenstoffemissionen und Energieverbrauch
- Abfallsortierung und -behandlung
- 5.5.3 Personalschulung und Betriebsverfahren
- Inhalte der Sicherheitsschulung
- Anforderungen an Betriebshandbücher und Aufzeichnungen
- 5.6 Kostenanalyse und Wirtschaftlichkeitsbewertung
- 5.6.1 Kostenstruktur
- Rohstoffkosten (APT/ WO<sub>3</sub> )
- Energie- und Geräteabschreibung
- Arbeits- und Wartungskosten
- 5.6.2 Ökonomische Bewertung
- Geschätzte Kosten pro kg (40-50 USD)
- Skaleneffekt- und Gewinnanalyse
- 5.6.3 Optimierungsstrategie
- Reduzieren Sie den Energie- und Rohstoffverbrauch
- Verbessern Sie Produktivität und Automatisierung

## **Kapitel 6 Anwendungsgebiete von hochreinem Nano-Wolframoxid**

- 6.1 Photokatalytische Anwendungen (Wasserzersetzung, Schadstoffbekämpfung)
- 6.1.1 Photokatalytischer Mechanismus
- 6.1.2 Strategie zur Leistungsoptimierung
- 6.1.3 Daten zur Effizienz der Wasserstoffproduktion und Abbaurate
- 6.1.4 Praxisbeispiele und industrielle Anwendungen
- 6.2 Elektrochrome Anwendungen (Smart Windows, Displays)
- 6.2.1 Elektrochromes Prinzip
- 6.2.2 Gerätedesign und Leistung
- 6.2.3 Optimierung der Modulationsrate und Reaktionszeit

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



#### 6.2.4 Flexible elektrochrome Bauelemente

### 6.3 Energiespeicheranwendungen (Superkondensatoren, Lithium-Ionen-Batterien)

#### 6.3.1 Energiespeichermechanismus und Vorteile

Die Grundprinzipien der elektrochemischen Energiespeicherung

hochreines Nano-WO<sub>2.9</sub> (große spezifische Oberfläche, Sauerstoffdefekte)

Vergleich mit herkömmlichen Materialien (Graphit, MnO<sub>2</sub>)

#### 6.3.2 Superkondensator-Anwendung

##### 6.3.2.1 Grundprinzipien von Superkondensatoren

Doppelschicht- und Pseudokapazitätsmechanismus

WO<sub>2.9</sub> (hohe Leitfähigkeit, Oberflächenaktivität)

##### 6.3.2.2 Elektrodenmaterialdesign

Herstellung einer Elektrode aus reinem WO<sub>2.9</sub>

Verbundwerkstoffe mit Kohlenstoffmaterialien (CNT, Graphen)

Morphologiekontrolle (Nanopartikel, Nanodrähte)

##### 6.3.2.3 Leistungsparameter

Spezifische Kapazität (500-700 F/g)

Zyklusstabilität (>10<sup>4</sup> mal)

Leistungs- und Energiedichte (40-50 Wh /kg)

##### 6.3.2.4 Optimierungsstrategie

Dotierungsänderung (N-, S-Elemente)

Elektrolytauswahl (wässrig vs. organisch)

Flexible Superkondensator-Anwendungen

##### 6.3.2.5 Industrialisierungsfall

Massenproduktionsprozess von Superkondensatoren

Anwendungsszenarien (Elektrofahrzeuge, Energiespeicher)

#### 6.3.3 Lithium-Ionen-Batterieanwendungen

##### 6.3.3.1 Funktionsprinzip von Lithium-Ionen-Batterien

Lithium-Insertionsmechanismus und die Rolle von WO<sub>2.9</sub>

Kompatibilität von negativen und positiven Elektroden

##### 6.3.3.2 Elektrodenmaterialdesign

Synthese von WO<sub>2.9</sub> als negatives Elektrodenmaterial

Verbundstrategie mit Si und C

Einfluss der Nanostruktur auf die Lithium-Insertionsleistung

##### 6.3.3.3 Leistungsparameter

Spezifische Kapazität (200-300 mAh /g)

Zykluslebensdauer (500-1000 Mal)

Lade- und Entladeeffizienz (>95 %)

##### 6.3.3.4 Optimierungsstrategie

Oberflächenbeschichtung (Kohlenstoffschicht, Polymer)

Elektrolytanpassung und Additive

Leistungsverbesserung mit hoher Rate

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

#### 6.3.3.5 Industrialisierungsfall

Anwendung von WO<sub>2.9</sub> in der Lithiumbatterieproduktion  
Koffer für Fahrzeuge mit neuer Energie und tragbare Geräte

#### 6.3.4 Andere Energiespeichersysteme

Potenzial in Natrium-Ionen-Batterien

Kompatibilität von Festkörperbatterien mit WO<sub>2.9</sub>

Zukünftige Entwicklungsrichtung (hohe Energiedichte, schnelles Laden)

#### 6.4 Gassensor (NO<sub>2</sub>-, H<sub>2</sub>S-Erkennung)

##### 6.4.1 Sensormechanismus

##### 6.4.2 Sensitivität und Selektivität

##### 6.4.3 Sensorische Vorteile von Nanostrukturen

##### 6.4.4 Praktische Anwendungsfälle

#### 6.5 Antibakterielle und biomedizinische Anwendungen

##### 6.5.1 Photokatalytisches Sterilisationsprinzip

##### 6.5.2 Beschichtungen und Medizinprodukte

##### 6.5.3 Antimikrobielle Effizienz und Sicherheit

##### 6.5.4 Biokompatibilitätsforschung

#### 6.6 Flexible Elektronik und neue Felder

Herstellung von WO<sub>2</sub> auf flexiblen Substraten

##### 6.6.2 Anwendungen tragbarer Geräte

##### 6.6.3 Neue Felder (Quantenbauelemente, KI-Materialien)

## **Kapitel 7 Herausforderungen und zukünftige Entwicklung von hochreinem Nano-Wolframoxid**

### 7.1 Technische Herausforderungen (Morphologiekontrolle, Stabilität, Kosten)

7.2 Grüne Produktion und Nachhaltigkeit 7.3 Intelligenz- und Automatisierungstrends 7.4 Neues Anwendungspotenzial (KI-Materialdesign, Quantengeräte) 7.5 Zukünftige Forschungsrichtungen und -aussichten

## **Kapitel 8 Fallanalyse und praktischer Leitfaden**

### 8.1 Fälle zur Laborvorbereitung (Nanostäbe und Filme)

8.2 Fälle zur industriellen Produktion (100 kg/Charge-Optimierung) 8.3 Anwendungsfälle (Photokatalysatoren, elektrochrome Fenster) 8.4 Fehlerbehebung und Prozessverbesserung 8.5 Schulungsleitfaden für Praktiker

## **Kapitel 9 Verschiedene Aspekte der Produktionstechnologie von hochreinem Nano-Wolframoxid (ausführlicher Katalog)**

### **9.1 Wie kontrolliert man die Reinheit bei der Herstellung von hochreinem Nano-Wolframoxid?**

#### 9.1.1 Grundsätze und Anforderungen der Reinheitskontrolle

#### 9.1.2 Hauptfaktoren, die die Reinheit beeinflussen (Rohstoffe, Verfahren, Ausrüstung)

#### 9.1.3 Hochreine Herstellungstechnologie (nasschemisches Verfahren, Gasphasenverfahren)

### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

9.1.4 Reinheitsprüfung und Verifizierungsmethoden

## 9.2 Wie stellt man ultrahochreines Nano-Wolframoxid her?

9.2.1 Definition und Anwendungsanforderungen von Ultrahochreinheit (>99,999 %)

9.2.2 Herausforderungen der Ultrahochreinheitsherstellung (Spurenverunreinigungen, Umweltkontrolle)

9.2.3 Ultrareinigungstechnologie (Ionenaustausch, Destillationsreinigung)

9.2.4 Fallanalyse: Herstellungspraxis von ultrahochreinem WO<sub>2.9</sub>

## 9.3 Wie entfernt man Verunreinigungen wie Fe aus hochreinem Nano-Wolframoxid?

9.3.1 Quellen und Auswirkungen von Verunreinigungen wie Fe

9.3.2 Chemische und physikalische Methoden zur Entfernung von Verunreinigungen

9.3.3 Prozessoptimierung und Strategie zur Kontrolle von Verunreinigungen

9.3.4 Methoden zur Bestimmung und Bewertung des Fe-Gehalts

## 9.4 Wie erhält man Nanopartikel bei der Herstellung von hochreinem Nano-Wolframoxid?

9.4.1 Mechanismus der Nanopartikelbildung

9.4.2 Schlüsselfaktoren der Nanokristallisation (Keimbildung, Wachstum)

9.4.3 Nanopartikel-Herstellungstechnologie (Hydrothermalverfahren, Solvothermalverfahren)

9.4.4 Charakterisierung und Optimierung von Nanopartikeln

## 9.5 Wie bereitet man eine hochreine Nano-Wolframoxid-Dispensionsaufschlämmung vor?

9.5.1 Eigenschaften und Anwendungen von Dispensionsschlämmen

9.5.2 Agglomeration und Stabilitätsprobleme während der Dispergierung

9.5.3 Dispersionstechnologie (Ultraschall, Oberflächenmodifizierung)

9.5.4 Dispersionsherstellungsfall und Qualitätskontrolle

## 9.6 Wie stellt man hochreine Nano-Wolframoxidpartikel her?

9.6.1 Definition und Verwendung von Pellets

9.6.2 Kontrolle der Partikelgröße und -morphologie bei der Pelletherstellung

9.6.3 Granulationstechnik (Sprühtrocknung, Gefriertrocknung)

9.6.4 Leistungsprüfung und Anwendung von Pellets

## 9.7 Wie beschichtet man hochreine Nano-Wolframoxidmaterialien?

9.7.1 Grundlagen der Beschichtungstechnik

9.7.2 Probleme mit der Gleichmäßigkeit und Haftung beim Beschichten

9.7.3 Beschichtungsverfahren (Sprühbeschichtung, Rotationsbeschichtung, Rolle-zu-Rolle)

9.7.4 Beschichtungsprozessoptimierung und industrielle Anwendungsfälle

---

## Anhang

### Anhang A: Glossar der Begriffe im Zusammenhang mit hochreinem Nano-Wolframoxid

Mehrsprachige Unterstützung in Chinesisch, Englisch, Japanisch, Koreanisch und Deutsch

### Anhang B: Versuchsplan zur Herstellung von hochreinem Nano-Wolframoxid

Laborverfahren (5 g Maßstab, Rohofen)

Industrieller Prozess (100 kg/Charge, Drehrohrföfen)

### Anhang C: Liste der Patente im Zusammenhang mit hochreinem Nano-Wolframoxid

Patentnummer, Titel, Zusammenfassung

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

**Anhang D: Liste der Standards für hochreines Nano-Wolframoxid**

Vergleich mit chinesischen, japanischen, deutschen, russischen, koreanischen und internationalen Standards

**Anhang E: Referenzen für hochreines Nano-Wolframoxid**

Akademische Arbeiten (40 Artikel)

Patente (10 Artikel)

**Anhang F: Liste der für die Herstellung von hochreinem Nano-Wolframoxid erforderlichen Geräte und Instrumente**

Labor- und Industrieausrüstung

**Anhang G: Morphologie- und Leistungsdatenbank von hochreinem Nano-Wolframoxid**

Leistungsdaten verschiedener Formen

**Anhang H: Häufig gestellte Fragen (FAQ)**

Fragen und Antworten zur Vorbereitung, Prüfung und Bewerbung

**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 <sup>2</sup> / 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	$\leq 10$	Affects conductivity and optical properties, requires pickling or magnetic separation control
Sodium	$\leq 5$	Source: Sodium tungstate, affects the lattice and electrochromic properties, removed by ion exchange
Molybdenum	$\leq 10$	Tungsten ore is associated with tungsten, which affects the catalytic activity and needs to be refined and purified
Silicon	$\leq 5$	Source quartz equipment, affects particle uniformity, requires high-purity equipment
Aluminum	$\leq 5$	Source container, affects thermal stability, needs to avoid contamination
Calcium	$\leq 5$	Affects the stability of the crystal phase and requires precursor purification
Magnesium	$\leq 5$	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](mailto:sales@chinatungsten.com)

Website: [http://www.tungsten-powder.com\(product details, comments\)](http://www.tungsten-powder.com(product%20details,%20comments))

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

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

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



## Kapitel 1 Einleitung

### 1.1 Geschichte und Entdeckung von hochreinem Nano-Wolframoxid

Hochreines Nano-Wolframoxid, insbesondere blaues Wolframoxid (BTO), repräsentiert durch  $\text{WO}_{2.9}$ , ist ein wichtiges Forschungsobjekt in der Wolfram-Materialwissenschaft, und seine Geschichte lässt sich bis zu den chemischen Erkundungen des 19. Jahrhunderts zurückverfolgen. Im Jahr 1867 berichtete der britische Chemiker Henry Enfield Roscoe erstmals über die Entstehung von blauem Wolframoxid im Labor der Royal Society in London. Er beobachtete die Entstehung einer dunkelblauen Verbindung durch Erhitzen von Wolframsäure ( $\text{H}_2\text{WO}_4$ ) auf etwa  $500\text{ }^\circ\text{C}$  in einer Wasserstoffatmosphäre ( $\text{H}_2$ ), von der sich später bestätigte, dass es sich um nichtstöchiometrisches  $\text{WO}_{2.9}$  handelte. Roscoes experimentelle Aufzeichnungen zeigten, dass die Farbe der Verbindung von der gemischten Oxidationsstufe von Wolfram ( $\text{W}^{5+}$  und  $\text{W}^{6+}$ ) herrührte, und er spekulierte zunächst, dass ihre Struktur Sauerstoffdefekte aufwies. Sein Versuchsaufbau war einfach und bestand nur aus einem Glasrohr und einem Wasserstoffgenerator. Diese Entdeckung enthüllte jedoch nicht nur den Polymorphismus des Wolframelements, sondern legte auch den Grundstein für die

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

spätere Forschung an Wolframoxiden.

Der schwedische Chemiker Carl Wilhelm Scheele entdeckte bereits 1781 durch die Zersetzung von Scheelit ( $\text{CaWO}_4$ ) das Element Wolfram. Der Forschungsschwerpunkt lag damals jedoch auf der Gewinnung von metallischem Wolfram, nicht auf dessen Oxid. Scheele verwendete Salpetersäure zur Zersetzung des Erzes, um einen gelben Wolframsäureniederschlag zu erhalten. Dieses Verfahren wurde zum Prototyp der modernen Hydrometallurgie. Erst Mitte des 19. Jahrhunderts begann die Erforschung von Wolframoxiden mit der Weiterentwicklung der chemischen Analysetechnik allmählich Fahrt aufzunehmen. Roscoes Wasserstoffreduktionsexperiment stellte einen entscheidenden Wendepunkt dar, und seine Methode inspirierte die nachfolgende industrielle Herstellungstechnologie. In den 1870er Jahren verifizierte der deutsche Chemiker Robert Bunsen dieses Verfahren weiter. Er erhitze Wolframsäure mit einem Bunsenbrenner und zeichnete die Bildungsbedingungen von blauem Wolframoxid bei unterschiedlichen Sauerstoffkonzentrationen auf. So war beispielsweise die blaue Farbe deutlicher, wenn die Sauerstoffkonzentration unter 5 % lag. Diese frühen Studien beruhten auf manueller Bedienung und die Genauigkeit der Temperaturregelung betrug lediglich  $\pm 20$  °C, aber sie lieferten wertvolle Inspiration für die theoretische Entwicklung der Wolframchemie.

Zu Beginn des 20. Jahrhunderts wurde die Forschung an Wolframoxiden vom Labor in die industrielle Fertigung überführt. 1905 reduzierte der französische Chemiker Henri Moissan Wolframtrioxid ( $\text{WO}_3$ ) in einem Lichtbogenofen, beobachtete die stabile Bildung von  $\text{WO}_{2.9}$  bei 500–600 °C und dokumentierte dessen temperaturabhängige Farbänderung (600 °C blau, 800 °C violett). Moissans Arbeit verknüpfte erstmals Wolframoxide mit der Metallurgie. Er vermutete, dass  $\text{WO}_{2.9}$  ein Zwischenprodukt bei der Herstellung von Wolframpulver sein könnte. Diese Annahme bestätigte sich in den 1920er Jahren, als General Electric begann,  $\text{WO}_{2.9}$  zur Herstellung von Wolframfäden für die Glühlampenproduktion zu verwenden. Zu dieser Zeit hatte  $\text{WO}_{2.9}$  eine große Partikelgröße (etwa 20–50  $\mu\text{m}$ ) und eine Reinheit von nur etwa 97–98 %, die durch die ineffiziente Beheizung der Festbettöfen (Energieverbrauch 6–8 kWh/kg) begrenzt war. Moissan testete auch die Stabilität von  $\text{WO}_{2.9}$  in einer sauren Umgebung und stellte fest, dass seine Auflösungsrate bei einem pH-Wert  $< 2$  weniger als 0,1 g/l betrug, was eine theoretische Unterstützung für seine industrielle Anwendung lieferte.

Die Produktion von Wolframoxiden erlebte während des Zweiten Weltkriegs einen sprunghaften Anstieg, und der industrielle Wert von blauem Wolframoxid wurde weiter hervorgehoben. In den 40er Jahren entwickelte die American Tungsten Corporation einen Durchlaufreduktionsofen, der die Produktionseffizienz von  $\text{WO}_{2.9}$  um etwa 30 % steigerte und die Reinheit auf 99 % erhöhte. Bei diesem Verfahren wird  $\text{WO}_3$  mit  $\text{H}_2$  bei 600–700 °C reduziert. Das Produkt wird zur Herstellung von Hartmetall und militärischem Wolframstahl verwendet, beispielsweise wolframbasierte Legierungen für Panzerung (Härte  $> 85$  HRA). Zu dieser Zeit konzentrierte sich die Forschung zu  $\text{WO}_{2.9}$  noch hauptsächlich auf die Mikronebene, und das Konzept der Nanotechnologie war noch nicht aufgekommen. In den 1950er Jahren schlugen sowjetische Wissenschaftler ein mehrstufiges

**COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**



Reduktionsverfahren vor, das die Kontrolle des Sauerstoffgehalts durch schrittweises Erhitzen (500 °C, 650 °C, 800 °C) optimierte, wodurch die Sauerstoffdefektverteilung von WO<sub>2.9</sub> gleichmäßiger wurde und die Abweichung des Sauerstoffgehalts von ±0,5 Gew.-% auf ±0,3 Gew.-% reduziert wurde, womit der Grundstein für die moderne Technologie gelegt wurde.

Seit dem 21. Jahrhundert haben Durchbrüche in der Nanotechnologie das Gesicht von hochreinem Nano-Wolframoxid völlig verändert. Nach dem Jahr 2000 nutzten Forscher hydrothermale Verfahren (180 °C, 12–24 h, Druck 1–2 MPa), Gasphasenabscheidung (CVD, 700 °C, Trägergas Ar/H<sub>2</sub>) und andere Technologien, um die Partikelgröße von WO<sub>2.9</sub> auf 50–100 nm zu reduzieren und die spezifische Oberfläche auf 10–40 m<sup>2</sup>/g zu erhöhen. Dieser Wandel hat großes Potenzial in den Bereichen Photokatalyse, Elektrochromie, Energiespeicherung usw. gezeigt. Im Jahr 2005 berichtete ein Forschungsteam der Universität Tokio in Japan erstmals, dass die Effizienz der photokatalytischen Wasserstoffproduktion von Nano-WO<sub>2.9</sub> 300 μmol·g<sup>-1</sup>·h<sup>-1</sup> erreichte und damit die 50-100 μmol·g<sup>-1</sup>·h<sup>-1</sup> von Materialien im Mikronbereich bei weitem übertraf. Die CTIA GROUP ist seit den 1990er Jahren in der Produktion von Wolframoxid involviert und hat diesen Wandel miterlebt. Das Unternehmen führte die Nanotechnologie nach 2010 ein und produziert jährlich etwa 500 Tonnen Nano-WO<sub>2.9</sub>, was 20 % des Inlandsmarktes entspricht.

Nanoskaliges WO<sub>2.9</sub> verbessert nicht nur die Leistung, sondern erweitert auch die Anwendungsszenarien. In den 2010er Jahren zeigten Untersuchungen des Massachusetts Institute of Technology (MIT), dass die Bandlücke (2,4–2,8 eV) von Nano-WO<sub>2.9</sub> für die Absorption von sichtbarem Licht geeignet ist und die Leitfähigkeit (10<sup>-3</sup>–10<sup>-2</sup> S/cm) Energiespeicherung unterstützt. Im Jahr 2015 deckte das Max-Planck-Institut in Deutschland mittels Rastertunnelmikroskopie (STM) die Verteilung von Sauerstoffdefekten auf der Oberfläche von WO<sub>2.9</sub> (Dichte von etwa 10<sup>19</sup>–10<sup>21</sup> cm<sup>-3</sup>) auf und lieferte damit eine mikroskopische Erklärung für seine photokatalytische Aktivität. Als Land mit reichlich Wolframvorkommen (die Reserven machen 60 % der Welt aus) hat China auf diesem Gebiet eine Vorreiterrolle übernommen. Im Jahr 2018 wurde im Rahmen des EU-Programms „Horizon 2020“ ein Projekt zur Wasserspaltung auf Basis von WO<sub>2.9</sub> gefördert, das eine jährliche Wasserstoffproduktion von 1.000 kg (Labormaßstab) ermöglichte und damit das Potenzial des Wasserstoffs für saubere Energie demonstrierte.

Die Geschichte von hochreinem Nano-Wolframoxid ist eng mit dem Aufstieg der Umweltschutztechnologie verbunden. Nach 2010 stieg die weltweite Nachfrage nach sauberer Energie sprunghaft an, und die photokatalytischen Eigenschaften von WO<sub>2.9</sub> wurden umfassend untersucht. Beispielsweise entwickelte die Australian National University mithilfe von Nano-WO<sub>2.9</sub> eine photokatalytische Beschichtung mit einer Effizienz von 90 % beim Abbau flüchtiger organischer Verbindungen (VOCs). Ihre Anwendung im Bereich der Elektrochromie förderte die Entwicklung des Marktes für intelligente Fenster, dessen globales Marktvolumen bis 2025 voraussichtlich eine Milliarde US-Dollar erreichen wird. Die CTIA GROUP entwickelte in Zusammenarbeit mit Universitäten eine mikrowellenunterstützte Reduktionstechnologie, die den

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Energieverbrauch auf 1,5–2 kWh/kg senkte und die Reaktionszeit auf ein bis zwei Stunden verkürzte. Diese historischen Meilensteine zeigen, dass sich hochreines Nano-Wolframoxid von einer chemischen Kuriosität des 19. Jahrhunderts zu einem multifunktionalen Material des 21. Jahrhunderts entwickelt hat und einen tiefgreifenden Wandel von der Theorie zur Praxis durchlaufen hat.

## S toichiometrisches Wolframoxid ( $\text{WO}_3$ , $\text{WO}_{2.9}$ , $\text{WO}_{2.83}$ , $\text{WO}_{2.72}$ , $\text{WO}_2$ )

Wolfram hat aufgrund seiner Struktur mit hoher Elektronenschicht ( $5d^4 6s^2$ ) verschiedene Oxidationsstufen (+2 bis +6), und seine Oxide zeigen verschiedene nichtstöchiometrische Eigenschaften, d. h. Verbindungen mit Sauerstoff-Wolfram-Verhältnissen (O/W), die von ganzzahligen Zahlen abweichen. Diese Oxide unterscheiden sich erheblich in ihrer Kristallstruktur, ihren physikalischen und chemischen Eigenschaften sowie ihren Anwendungsfeldern und sind die zentralen Forschungsobjekte der Wolfram-Materialwissenschaft. Die Klassifizierung nichtstöchiometrischer Wolframoxide spiegelt nicht nur die Komplexität der Wolframchemie wider, sondern wirkt sich auch direkt auf ihre industrielle Verwendung und Technologieauswahl aus. Dieser Abschnitt stellt die chemische Zusammensetzung, die strukturellen Eigenschaften, die Herstellungsmethoden, die Eigenschaftsunterschiede und den Anwendungswert von vier typischen Formen –  $\text{WO}_3$  (Wolframtrioxid),  $\text{WO}_{2.9}$  (blaues Wolframoxid),  $\text{WO}_{2.72}$  (violetteres Wolframoxid) und  $\text{WO}_2$  (Wolframdioxid) – detailliert vor und liefert theoretische Unterstützung für die folgenden Kapitel.

### 1.2.1 Wolframtrioxid/gelbes Wolframoxid/gelbes Wolfram (Wolframtrioxid, $\text{WO}_3$ , gelbes Wolframoxid, YTO)

$\text{WO}_3$  ist eine vollständig oxidierte Wolframverbindung mit einem Sauerstoff-Wolfram-Verhältnis von 3:1 und einem theoretischen Sauerstoffgehalt von 20,69 Gew.-%. Es hat eine gelbe bis hellgelbe Farbe und eine überwiegend monokline Kristallstruktur ( $P_1/c$ , Raumgruppe) mit Gitterparametern von  $a = 7,306 \text{ \AA}$ ,  $b = 7,540 \text{ \AA}$ ,  $c = 7,692 \text{ \AA}$  und  $\beta = 90,91^\circ$ . Die Bandlückenenergie von  $\text{WO}_3$  liegt zwischen 2,6 und 3,0 eV. Es handelt sich um einen Halbleiter mit großer Bandlücke und starker UV-Absorption (Absorptionskante ca. 400 nm). Seine Struktur ist ein dreidimensionales Netzwerk aus  $\text{WO}_6$ -Oktaedern, die durch gemeinsame Scheitelpunkte oder Kanten verbunden sind. Es hat einen Schmelzpunkt von etwa 1473 °C, eine extrem hohe thermische Stabilität und kann seine strukturelle Integrität sogar bei 1000 °C beibehalten. Der Wärmeausdehnungskoeffizient beträgt etwa  $8 \times 10^{-6} \text{ K}^{-1}$ .

$\text{WO}_3$  wird üblicherweise durch Kalzinieren von Ammoniumparawolframat (APT,  $(\text{NH}_4)_{10}[\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{42}] \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ) oder Wolframsäure ( $\text{H}_2\text{WO}_4$ ) bei 500–600 °C in Luft hergestellt. In der Industrie muss der Kalzinierungssofen mit einer präzisen Temperaturregelung (Genauigkeit  $\pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$ ) ausgestattet sein, um ein Überbrennen mit Bildung von  $\text{WO}_{2.9}$  oder Verluste durch Verflüchtigung zu vermeiden. In den 1870er Jahren stellten deutsche Chemiker erstmals  $\text{WO}_3$  durch Kalzinieren

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

von Wolframsäure zur Verwendung als Glasfarbstoff her. Sein gelber Farbton entsteht durch dd-Elektronenübergänge. In den 1890er Jahren nutzten amerikanische Unternehmen es zur Herstellung von Wolframpulver und wandelten es durch Wasserstoffreduktion in  $WO_{2.9}$  als Vorläufer von blauem Wolframoxid um. Industriedaten zeigen, dass die Reinheit von  $WO_3$  99,95 % erreichen kann und der Gehalt an Verunreinigungen (wie Fe, Mo, Si) unter 20 ppm gehalten wird, was den Anforderungen von High-End-Anwendungen wie Photokatalyse und Elektrochromie gerecht wird.

$WO_3$  bildet den Grundstein für seine Anwendung. Seine Bandlückenenergie verleiht ihm eine hohe photokatalytische Aktivität unter ultraviolettem Licht. Beispielsweise kann die Effizienz des Abbaus des Farbstoffs Rhodamin B 90 % erreichen und die Reaktionsgeschwindigkeitskonstante beträgt etwa  $0,05 \text{ min}^{-1}$ . Die Nutzung des sichtbaren Lichts beträgt jedoch nur etwa 40 % und die Leistung muss durch Dotierung (wie Ti, N) oder Oberflächenmodifizierung verbessert werden. Die elektrochrome Leistung beruht auf dem Insertions-/Extraktionsmechanismus von  $Li^+$  oder  $H^+$  mit einer Modulationsrate von 70–80 % und einer Zyklenlebensdauer von  $> 5000$ , was es für intelligente Fenster und Displays geeignet macht. Gassensoren nutzen seine Oberflächenadsorption, um  $NO_2$  mit einer Empfindlichkeit von bis zu 50 und einer Reaktionszeit von etwa 10 s zu erkennen.  $WO_3$  ist in sauren Umgebungen (pH 2–4) stabiler als in alkalischen Umgebungen (pH  $> 10$ ) und die Auflösungsrate beträgt  $< 0,05 \text{ g/l}$ .

$WO_3$  begann im frühen 20. Jahrhundert. In den 1920er Jahren nutzte die US-amerikanische General Electric Company  $WO_3$  zur Herstellung von Wolframdraht mit einer Jahresproduktion von rund 500 Tonnen, was die Entwicklung der Beleuchtungsindustrie förderte. Bei diesem Verfahren wird  $WO_3$  bei  $700 \text{ }^\circ\text{C}$  reduziert, um Wolframpulver mit einer Reinheit von ca. 99 % zu erzeugen. In den 1940er Jahren wurde  $WO_3$  zur Herstellung von Hartmetallwerkzeugen verwendet, wobei die Reinheit des reduzierten Wolframpulvers direkten Einfluss auf die Härte des Werkzeugs hatte ( $> 90 \text{ HRA}$ ). Im 21. Jahrhundert erlangte die Anwendung von  $WO_3$  in der Photokatalyse zunehmende Aufmerksamkeit. Im Jahr 2010 berichtete ein deutsches Forscherteam, dass die Sauerstoffproduktionseffizienz von  $WO_3$  bei der Zersetzung von Wasser unter ultraviolettem Licht  $200 \mu\text{mol} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{h}^{-1}$  erreichte und die Wasserstoffproduktionseffizienz bei etwa  $100 \mu\text{mol} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{h}^{-1}$  lag. Diese Fälle zeigen, dass  $WO_3$  das Grundmaterial der Wolfram-Industriekette ist und seine Funktionalität durch Modifikationen weiter erweitert wird.

### 1.2.2 Blaues Wolfram, $WO_{2.9}$ (Blaues Wolframoxid, BTO)

$WO_{2.9}$  ist das zentrale Forschungsobjekt dieses Buches. Das Sauerstoff-Wolfram-Verhältnis beträgt etwa 2,9:1, der Sauerstoffgehalt liegt zwischen 19,0 und 19,5 Gew.-%, und es hat aufgrund von Sauerstoffdefekten ein dunkelblaues Aussehen. Seine Kristallstruktur ist monoklin ( $P2_1/n$ ), die Gitterparameter sind leicht verzerrt ( $a=7,285 \text{ \AA}$ ,  $b=7,518 \text{ \AA}$ ,  $c=7,670 \text{ \AA}$ ), die Bandlücke ist auf 2,4–2,8 eV reduziert, und die Absorptionsrate für sichtbares Licht (400–700 nm) beträgt 70–80 %. Etwa 10–15 % der Wolframatome in der Struktur befinden sich im Oxidationszustand +5 ( $W^{5+}$ ), der Rest im Zustand +6 ( $W^{6+}$ ). Dieser gemischte Oxidationszustand erhöht die Leitfähigkeit ( $10^{-3} - 10^{-2}$

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

S/cm) und die Oberflächenaktivität. Die Sauerstoffdefektdichte beträgt etwa  $10^{19}$ – $10^{21}$  cm<sup>-3</sup>, gemessen durch Röntgen-Photoelektronenspektroskopie (XPS), was die photokatalytischen und elektrochemischen Eigenschaften deutlich verbessert.

WO<sub>2.9</sub> wird hauptsächlich durch die Reduktion von WO<sub>3</sub> oder APT mit Wasserstoff erreicht. Typische Bedingungen sind 600–750 °C, ein H<sub>2</sub>-Fluss von 5–10 m<sup>3</sup>/h und eine Isolierung für 2–4 Stunden. Während des Reduktionsprozesses wird die Bildung von Sauerstoffdefekten durch Temperatur, H<sub>2</sub>-Konzentration und Verweilzeit gesteuert. Beispielsweise entsteht WO<sub>2.72</sub> leicht, wenn die Temperatur auf 800 °C ansteigt, während WO<sub>3</sub> unter 550 °C bleibt. In den 1890er Jahren untersuchten deutsche Chemiker diesen Prozess erstmals systematisch und zeichneten das Entstehungsgesetz von WO<sub>2.9</sub> mithilfe eines Röhrenofens auf. Die H<sub>2</sub>-Konzentration muss bei 20–30 Vol.-% gehalten werden, um eine gleichmäßige Reduktion zu gewährleisten. Mitte des 20. Jahrhunderts wurde die Produktion in der US-Industrie auf einen größeren Maßstab ausgedehnt und in einem Festbettofen mit einer Jahresproduktion von etwa 1.000 Tonnen, einem Energieverbrauch von etwa 5–6 kWh/kg und einer Abweichung des Sauerstoffgehalts von ±0,3 Gew.-% hergestellt.

Nanoskaliges WO<sub>2.9</sub> erzielte im 21. Jahrhundert einen Durchbruch. Nach dem Jahr 2000 setzten sich das Hydrothermalverfahren (180 °C, 12–24 h, Druck 1–2 MPa) und die Gasphasenabscheidung (CVD, 700 °C, Trägergas Ar/H<sub>2</sub>) durch, wobei die Partikelgröße auf 50–100 nm und die spezifische Oberfläche auf 10–40 m<sup>2</sup>/g begrenzt waren. Im Jahr 2005 synthetisierte ein japanisches Forscherteam WO<sub>2.9</sub>-Nanopartikel mithilfe des Hydrothermalverfahrens mit einer morphologischen Einheitlichkeit von 90 %, und die TEM-Analyse ergab eine Standardabweichung der Partikelgrößenverteilung von <10 nm. Die CTIA GROUP erreichte eine Produktion von 100 kg/Charge in einem Drehrohrofen mit einer kontrollierten Abweichung des Sauerstoffgehalts von ±0,1 Gew.-%, einer Reinheit von >99,5 %, einer Ausbeute von 85 % und einem auf 2–3 kWh/kg reduzierten Energieverbrauch. Die mikrowellenunterstützte Reduktionstechnologie verkürzt die Reaktionszeit auf 1–2 Stunden und zeigt das Potenzial für eine Ökologisierung.

erreicht die Wasserstoffproduktionseffizienz 400–500 μmol·g<sup>-1</sup>·h<sup>-1</sup>, die Abbaueffizienz organischer Stoffe (wie Toluol) liegt bei >95 %, und die Reaktionsgeschwindigkeitskonstante beträgt etwa 0,1 min<sup>-1</sup>. Die Modulationsrate des elektrochromen Films liegt bei >85 %, die Reaktionszeit bei <5 s und die Zyklenlebensdauer bei >10<sup>4</sup>, was sich für intelligente Fenster und Displays eignet. In der Energiespeicherung erreicht die spezifische Kapazität 500–700 F/g und die Leistungsdichte 40–50 Wh/kg, was besser ist als bei herkömmlichen Kohlenstoffmaterialien (wie Aktivkohle, 200–300 F/g). Die Empfindlichkeit des Gassensors zur Erkennung von NO<sub>2</sub> erreicht 100, die Reaktionszeit beträgt <8 s und die Nachweisgrenze liegt bei <1 ppm. Diese Eigenschaften machen ihn zu einem Hotspot in der Nanomaterialforschung.

WO<sub>2.9</sub> war bereits Mitte des 20. Jahrhunderts bekannt. In den 1950er Jahren produzierte die Sowjetunion mithilfe von WO<sub>2.9</sub> Wolframpulver mit einer Jahresproduktion von etwa 2.000 Tonnen, das für Turbinenschaufeln von Flugzeugtriebwerken verwendet wurde, und die Gleichmäßigkeit der

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Partikelgröße des Wolframpulvers erreichte 95 %. Seit dem 21. Jahrhundert hat sich seine Anwendung in Hightech-Bereichen rasant ausgeweitet. Im Jahr 2015 verwendeten amerikanische Unternehmen Nano-WO<sub>2.9</sub> zur Herstellung elektrochromer Fenster mit einem Jahresproduktionswert von etwa 200 Millionen US-Dollar und einer Filmdicke von etwa 500 nm. WO<sub>2.9</sub> ist zudem das gängigste Zwischenprodukt bei der Herstellung von Wolframpulver. Etwa 60 % des weltweiten Wolframpulvers werden auf diesem Weg hergestellt. Seine Wirtschaftlichkeit (40–50 USD/kg) und sein ausgewogenes Leistungsverhalten machen es zur ersten Wahl. Im Jahr 2018 berichtete ein koreanisches Forschungsteam, dass die Anwendung von WO<sub>2.9</sub> in flexibler Elektronik die Leitfähigkeit um 20 % erhöhte, was das neue Potenzial des Materials verdeutlicht.

### 1.2.3 Violette Wolframoxid, WO<sub>2.72</sub> (Violettes Wolframoxid, VTO)

WO<sub>2.72</sub> beträgt 2,72:1, der Sauerstoffgehalt beträgt etwa 18,5–19,0 Gew.-% und das Erscheinungsbild ist violett oder dunkelviolett. Seine Kristallstruktur ist monoklin (P2<sub>1</sub>/m) und die Gitterparameter sind a=12,10 Å, b=3,78 Å, c=5,95 Å, β=94,5°. Verglichen mit WO<sub>2.9</sub> hat es mehr Sauerstoffdefekte, die Bandlücke ist auf 2,1–2,3 eV reduziert und die Infrarotlichtabsorptionsrate ist auf 60 % erhöht. Seine Morphologie ist meist nadel- oder stäbchenförmig (200–500 nm lang und 20–50 nm im Durchmesser), mit einer spezifischen Oberfläche von bis zu 50 m<sup>2</sup>/g, starker Oberflächenaktivität und geeignet für katalytische Anwendungen. Durch Raman-Spektroskopie wird gezeigt, dass die charakteristischen Peaks bei 680 cm<sup>-1</sup> und 820 cm<sup>-1</sup> liegen, was den Schwingungsmodus von Sauerstoffdefekten widerspiegelt.

WO<sub>2.72</sub> erfordert stärkere Reduktionsbedingungen, etwa 750–850 °C, einen H<sub>2</sub>-Fluss von 10–15 m<sup>3</sup>/h und eine Reaktionszeit von 3–5 Stunden. In den 1920er Jahren stellten sowjetische Wissenschaftler WO<sub>2.72</sub> erstmals durch Hochtemperaturreduktion von WO<sub>3</sub> her und beobachteten dessen nadelartige Morphologie mit einer Längenverteilung von 100–600 nm. Die SEM-Analyse zeigte ein Längenverhältnis von etwa 10:1. Nach dem Jahr 2000 gelang durch die Kombination der Hydrothermalmethode mit dem Reduktionsprozess die Synthese von nanoskaligem WO<sub>2.72</sub> mit einer Morphologie-Kontrollgenauigkeit von ±10 nm. Aufgrund seiner Sauerstoffdefektdichte (etwa 10<sup>21</sup> cm<sup>-3</sup>) eignet es sich gut für katalytische Reaktionen. Beispielsweise ist die Effizienz der Sauerstoffproduktion bei der Wasserzersetzung 20 bis 30 % höher als die von WO<sub>3</sub> und erreicht 250 μmol·g<sup>-1</sup>·h<sup>-1</sup>, und die Effizienz der Wasserstoffproduktion beträgt etwa 150 μmol·g<sup>-1</sup>·h<sup>-1</sup>.

WO<sub>2.72</sub> weist eine geringe thermische Stabilität auf (bei > 900 °C wird es leicht in WO<sub>2</sub> umgewandelt), was seine Anwendung bei hohen Temperaturen einschränkt. In der Industrie wird es als alternatives Zwischenprodukt bei der Herstellung von Wolframpulver verwendet. Seine nadelartige Struktur verbessert die Fließfähigkeit und Verdichtungsdichte von Wolframpulver (etwa 15 %). In den 1950er Jahren versuchten amerikanische Unternehmen, WO<sub>2.72</sub> durch WO<sub>2.9</sub> zu ersetzen, aber aufgrund der hohen Produktionskosten (50–60 USD/kg) und des Energieverbrauchs von 3–4 kWh/kg wurde dies nicht weit verbreitet. Experimente der CTIA GROUP haben gezeigt, dass WO<sub>2.72</sub> in bestimmten Katalysatorträgern Potenzial hat, beispielsweise eine Effizienz beim

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Zersetzen von VOCs von bis zu 90 %, aber seine Wirtschaftlichkeit muss noch optimiert und die Kosten müssen auf unter 40 USD/kg gesenkt werden.

Die Anwendungsforschung zu  $WO_{2.72}$  nahm zu Beginn des 21. Jahrhunderts Fahrt auf. 2010 berichtete ein koreanisches Forscherteam, dass die Empfindlichkeit von  $WO_{2.72}$ -Nanostäben in Gassensoren 120 erreichte, was besser war als die 100 von  $WO_{2.9}$ , und die Reaktionszeit  $<6$  s betrug. Die schwierige Herstellung und Stabilitätsprobleme schränken jedoch die industrielle Nutzung ein. Die weltweite Jahresproduktion von  $WO_{2.72}$  beträgt etwa 500 Tonnen, was nur 5 % des Wolframoxids entspricht, und wird hauptsächlich in Spezialbereichen wie Flugzeugkatalysatoren und Nanobeschichtungen eingesetzt. 2015 verwendeten japanische Unternehmen  $WO_{2.72}$ , um antibakterielle Beschichtungen mit einer Sterilisationsrate von  $>95$  % zu entwickeln, und zeigten damit das Potenzial des Materials in der Biomedizin.

#### 1.2.4 Braunes Wolfram, braunes Wolframoxid, $WO_2$ (braunes Wolframoxid)

$WO_2$  hat ein Sauerstoff-Wolfram-Verhältnis von 2:1 und einen Sauerstoffgehalt von etwa 16,03 Gewichtsprozent. Es ist braun oder dunkelbraun und ist das Wolframoxid mit der niedrigsten Oxidationsstufe. Seine Kristallstruktur ist monoklin ( $P2_1/c$ ) mit Gitterparametern von  $a=5,57$  Å,  $b=4,89$  Å,  $c=5,66$  Å,  $\beta=120,4^\circ$ . Die Bandlücke liegt bei etwa 1,8–2,0 eV und die Leitfähigkeit beträgt  $10^{-1}$  S/cm, was nahe an metallischen Eigenschaften liegt. Die Struktur ist ein Kettennetzwerk aus  $WO_6$ -Oktaedern, die durch gemeinsame Kanten verbunden sind. Der Sauerstoffdefekt ist mit einer Dichte von etwa  $10^{22}$   $cm^{-3}$  extrem hoch. Die Periodizität der Kettenstruktur wird durch XRD-Analyse bestätigt.

Zur Reduzierung von  $WO_2$  bei 900–1.000 °C ist die Verwendung von hochkonzentriertem  $H_2$  ( $> 20$   $m^3/h$ ) erforderlich. Die Reaktionszeit beträgt 4–6 Stunden. Anfang des 20. Jahrhunderts stellten deutsche Metallurgen  $WO_2$  erstmals in einem Hochtemperaturofen für die Forschung an leitfähigen Beschichtungen her und fanden heraus, dass es an der Luft leicht zu  $WO_{2.72}$  oxidiert, mit einer Oxidationsrate von etwa 0,2 g/h. In der Industrie ist die Ausbeute gering (etwa 80 %), die Stabilität unzureichend und zur Lagerung ist ein  $N_2$ -Schutz erforderlich. Die Produktionskosten betragen etwa 60–70 USD/kg und der Energieverbrauch beträgt 4–5 kWh/kg, was wesentlich höher ist als die 2–3 kWh/kg von  $WO_{2.9}$ . In den 1950er Jahren versuchte die Sowjetunion,  $WO_2$  in Massenproduktion herzustellen, mit einer jährlichen Produktion von etwa 200 Tonnen, doch wurde dieser Versuch wegen der hohen Kosten eingestellt.

$WO_2$  ist in leitfähigen Materialien und Katalysatorträgern konzentriert. In den 1950er Jahren verwendete ein US-amerikanisches Forschungsteam  $WO_2$ , um Brennstoffzellenelektroden mit besserer Leitfähigkeit als Ruß ( $10^{-2}$  S/cm) zu entwickeln, doch die Zyklenlebensdauer betrug nur das 500-fache und war damit weit niedriger als das 2000-fache von Kohlenstoffmaterialien. Nach 2010 wurde sein Potenzial im Bereich der Hochtemperaturkatalyse erforscht, beispielsweise mit einer Effizienz von 85 % bei der CO-Zersetzung und einer Reaktionstemperatur von 800 °C.

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Aufgrund der schwierigen Herstellung und der leichten Oxidation liegt der tatsächliche Nutzungsgrad jedoch bei weniger als 5 %. Die Aussichten auf eine industrielle Nutzung von  $WO_2$  sind begrenzt und die Forschung befindet sich größtenteils noch im Laborstadium. So berichtete ein britisches Forschungsteam 2015 über seine Anwendung in Hochtemperatursensoren mit einer Empfindlichkeit von etwa 80.

### 1.2.5 Orange Wolframoxid, Orange Wolframoxid, $WO_{2.83}$ (Orange Wolframoxid, OTO)

**Orangefarbenes Wolframoxid**  $WO_{2.83}$  hat ein Sauerstoff-Wolfram-Verhältnis von 2,83:1, einen Sauerstoffgehalt von etwa 19,5–20,0 Gew.-% und ein orangerotes oder bernsteinfarbenes Aussehen. Seine Farbe entsteht durch die selektive Absorption von sichtbarem Licht (450–550 nm) durch eine spezifische Sauerstoffleerstellenanordnung.

Die Kristallstruktur ist tetragonal (P4/mmm) mit Gitterparametern  $a=5,25 \text{ \AA}$ ,  $c=3,89 \text{ \AA}$ ,  $\beta=90^\circ$ . Verglichen mit  $WO_3$  ist die Sauerstoffdefektdichte auf etwa  $10^{20} \text{ cm}^{-3}$  reduziert, die Bandlücke ist auf 2,8-3,0 eV erweitert, die Ultraviolettlichtabsorptionsrate beträgt bis zu 85 %, die Infrarotabsorptionsrate jedoch nur 30 %. Die typische Morphologie ist eine Flockenstruktur (Dicke 10-30 nm, laterale Größe 100-300 nm), die spezifische Oberfläche beträgt 30-40  $\text{m}^2/\text{g}$  und der Oberflächenhydroxylgehalt ist hoch (~5 Atom-%). Das Raman-Spektrum zeigt charakteristische Peaks bei  $270 \text{ cm}^{-1}$  (WOW-Biegung) und  $715 \text{ cm}^{-1}$  (W=O-Streckung).

#### Der Herstellungsprozess

von **orangefarbenem Wolframoxid** erfolgt mittels Oxidations-Glühmethode: Metallisches Wolframpulver wird 12–24 Stunden lang in einer Luftatmosphäre bei 500–600 °C oxidiert und dann 2 Stunden lang bei 800 °C in Argon geglüht. 1935 erhielten deutsche Wissenschaftler durch elektrochemische Anodisierung erstmals eine dünne Schicht aus orangefarbenem Wolframoxid, und Röntgenbeugung zeigte, dass dessen (001)-Kristallebene eine bevorzugte Ausrichtung aufwies. In den 2010er Jahren gelang mit der Sol-Gel-Methode eine morphologiekontrollierte Synthese mit einer Dickenabweichung von  $\leq 5 \text{ nm}$ . Durch die geordnete Anordnung der Sauerstoffleerstellen erreicht die photokatalytische  $CO_2$ -Reduktionseffizienz  $180 \mu\text{mol} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{h}^{-1}$  (15 % höher als  $WO_3$ ).

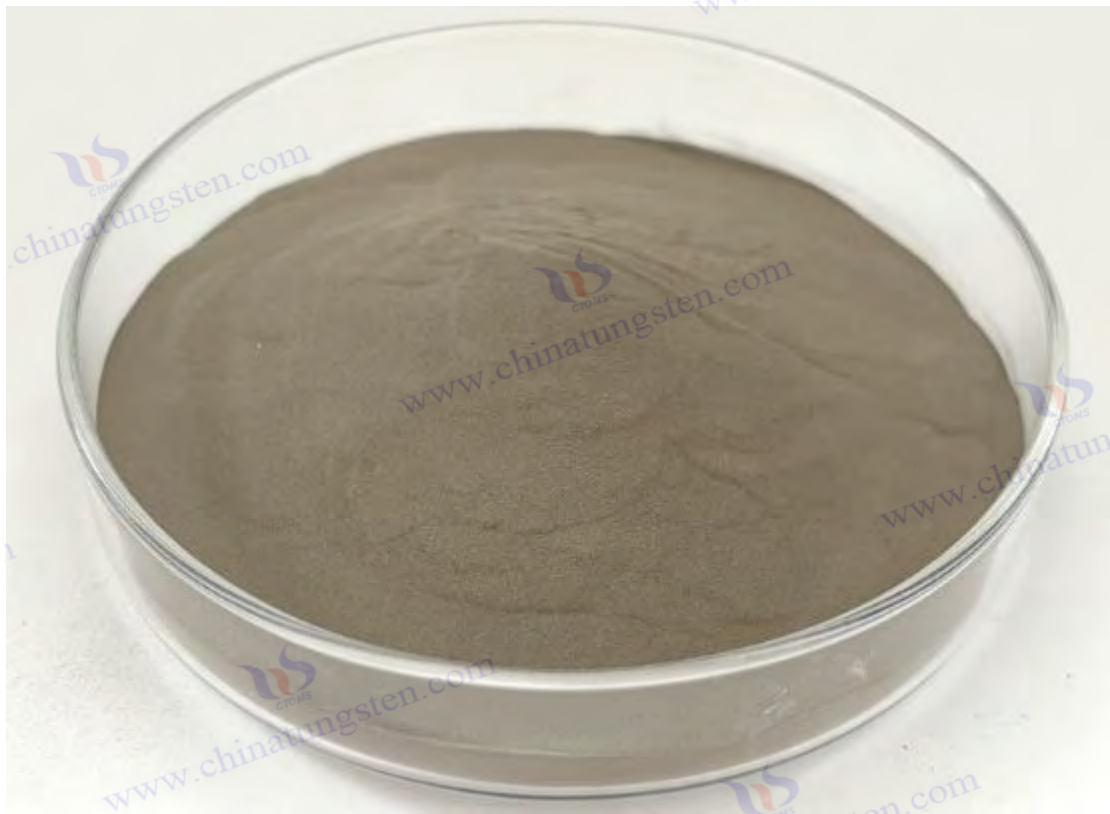
Es wurde in den 1950er Jahren als Glasfarbstoff verwendet (die Zugabe von 0,1 % kann die Lichtdurchlässigkeit auf 70 % reduzieren), und seine elektrochromen Eigenschaften wurden in den 1980er Jahren entdeckt (Färbungseffizienz  $45 \text{ cm}^2/\text{C}$ ). 2018 verwendete ein Team der Universität Cambridge  $WO_{2.83}$ -Nanoblätter zum Bau intelligenter Fenster und erreichte dabei eine Regulierungsrate des sichtbaren Lichts von 90 % und eine Reaktionsgeschwindigkeit von  $<10 \text{ s}$ . Die industriellen Herstellungskosten betragen etwa 35 USD/kg (das Plasmaoxidationsverfahren verbraucht 2,5 kWh/kg), und die weltweite Jahresproduktion beträgt etwa 2.000 Tonnen, die hauptsächlich in Architekturglas (60 %) und im Displaybereich verwendet werden. Die unzureichende Zyklenstabilität (Effizienz sinkt nach  $> 5.000$  Zyklen um 30 %) schränkt jedoch die Anwendung in flexiblen Geräten ein.

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Im Jahr 2021 entwickelte das Team der Chinesischen Akademie der Wissenschaften eine  $WO_{2.83}$ /Graphen-Heteroverbindung, die die negative Elektrodenkapazität von Lithium-Ionen-Batterien auf 650 mAh /g erhöhte (70 % höher als Graphit). Im Jahr 2023 nutzte das US-amerikanische NREL die Schmalband-Ultraviolettabsorptionseigenschaften der Verbindung, um eine neuartige photothermische Beschichtung mit einem Wirkungsgrad von 88 % bei der Umwandlung von Solarenergie zu entwickeln.

## 1.2. Wissenschaftliche und industrielle Bedeutung der 6 Kategorien

Die Klassifizierung nichtstöchiometrischer Wolframoxide spiegelt die Vielfalt der Wolframchemie wider.  $WO_3$  ist sehr stabil, hat jedoch nur eine Funktion und eignet sich daher als Basisrohstoff.  $WO_{2.9}$  ist aufgrund moderater Sauerstoffdefekte und Nanoeffekte ein multifunktionales Material. Die Morphologie von  $WO_{2.72}$  eignet sich für die Katalyse.  $WO_2$  hat eine hohe Leitfähigkeit, aber eine geringe Stabilität. Diese Unterschiede wirken sich direkt auf die industrielle Nutzung aus.  $WO_3$  ist der Ausgangspunkt für die traditionelle Wolframpulverproduktion,  $WO_{2.9}$  bietet die größten Vorteile hinsichtlich Kosten (40–50 USD/kg), Leistung und Anwendungspotenzial, während  $WO_{2.72}$  und  $WO_2$  Ergänzungen für bestimmte Szenarien darstellen. Dieses Buch konzentriert sich auf  $WO_{2.9}$ , berücksichtigt aber auch eine vergleichende Analyse anderer Formen.



## 1.3 Der Status von hochreinem Nano-Wolframoxid in der Wolfram-Industriekette

### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT



Die Wolfram-Industriekette umfasst Bergbau, Schmelzen, Pulvermetallurgie und die Weiterverarbeitung vom Erzabbau bis zur Endproduktherstellung. Hochreines Nano-Wolframoxid ( $WO_{2.9}$ ) ist ein wichtiges Zwischenprodukt, das die oberen und unteren Ebenen verbindet und die Wertschöpfung steigert. China verfügt über 60 % der weltweiten Wolframreserven und eine gut entwickelte Wolfram-Industriekette, in der hochreines Nano-Wolframoxid eine immer wichtigere Rolle spielt. Dieser Abschnitt untersucht seine Rolle in der Industriekette, den Produktionsprozess, den Industriewert, die Fallunterstützung und das Zukunftspotenzial.

### 1.3.1 Struktur und Prozess der Wolfram-Industriekette

Die Wolfram-Industriekette umfasst die folgenden Phasen:

Extraktion von Wolfram-Rohkonzentrat ( $WO_3$ -Gehalt 50-65 %) aus Scheelit ( $CaWO_4$ ) oder Wolframit ( $(Fe, Mn)WO_4$ );

2) Hydrometallurgie, durch Säurelaugung, Extraktion oder Ionenaustausch, Reinigung zu Ammoniumparawolframat (APT), Reinheit > 99,9 %;

3) Herstellung von Oxiden: APT wird kalziniert, um  $WO_3$  zu erzeugen, das dann reduziert wird, um  $WO_{2.9}$  oder  $WO_{2.72}$  zu erzeugen;

4) Herstellung von Wolframpulver. Das Oxid wird weiter zu Wolframpulver (W) mit einer Partikelgröße von 0,1–10  $\mu m$  reduziert .

5) Durch die Tiefenverarbeitung wird Wolframpulver zu Hartmetall (WC), Wolframdraht, Wolframstab oder Nanomaterialien verarbeitet. Hochreines Nano-Wolframoxid befindet sich im Mittelstrom, dem Übergangsprodukt von APT zu Wolframpulver, und gelangt direkt in High-End-Anwendungen.

Die Geschichte der Wolfram-Industriekette reicht bis ins späte 19. Jahrhundert zurück. In den 1890er Jahren reinigte Deutschland APT durch Hydrometallurgie aus Wolframit und erzielte dabei eine Jahresproduktion von rund 100 Tonnen und eine Prozesseffizienz von rund 60 %. Zu Beginn des 20. Jahrhunderts etablierten die USA einen vollständigen Prozess vom Erz bis zum Wolframpulver und produzierten jährlich rund 500 Tonnen Wolframpulver für Beleuchtung und Metallurgie. In den 1940er Jahren expandierte die Wolfram-Industriekette aufgrund der militärischen Nachfrage. Die weltweite Produktion stieg auf 10.000 Tonnen, und die Gewinnungsrate der Mineralverarbeitung erhöhte sich auf 80 %. Im 21. Jahrhundert entwickelte sich China zum Zentrum der Wolfram-Industrie mit einer Jahresproduktion von rund 80.000 Tonnen APT, was 80 % der Weltproduktion entspricht. Die Entwicklung von hochreinem Nano-Wolframoxid hat die Wertschöpfung der Industriekette weiter gesteigert. Die Nanotechnologie begann nach dem Jahr 2000 mit einer jährlichen Produktionswachstumsrate von etwa 15 %.

### 1.3.2 Produktionsprozess von hochreinem Nano-Wolframoxid

Der Produktionsprozess von hochreinem Nano-Wolframoxid umfasst:

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

### 1) Rohstoffaufbereitung

APT (Reinheit > 99,95 %, Feuchtigkeit < 1 Gew. %) wurde zerkleinert (< 200  $\mu\text{m}$ ) und vorgewärmt (400  $^{\circ}\text{C}$ , 1 h), um  $\text{WO}_3$  zu erzeugen;

### 2) Wasserstoffreduktion

$\text{WO}_3$  wird in einem Drehrohrofen (650-750  $^{\circ}\text{C}$ ,  $\text{H}_2$ -Flussrate 5-10  $\text{m}^3/\text{h}$ , 4-6 h) in  $\text{WO}_{2.9}$  umgewandelt, wobei der Sauerstoffgehalt auf 19,0-19,5 Gew.-% geregelt wird;

### 3) Kühlung und Sammlung

Das Produkt wurde unter  $\text{N}_2$ -Schutz auf <100  $^{\circ}\text{C}$  abgekühlt, um eine Oxidation zu vermeiden.

### 4) Qualitätskontrolle

Nachweis mittels XRF (Verunreinigungen < 50 ppm), Sauerstoffanalysator (Genauigkeit  $\pm 0,1$  Gew.-%). Nanoskaliges  $\text{WO}_{2.9}$  erfordert zusätzliche Schritte, wie z. B. die hydrothermale Methode (180  $^{\circ}\text{C}$ , 12–24 h) oder die plasmaunterstützte Reduktion (< 10 s), um die Partikelgröße auf 50–100 nm zu reduzieren.

Die Entwicklung industrieller Prozesse spiegelt den technologischen Fortschritt wider. In den 1950er Jahren reduzierten Festbettöfen  $\text{WO}_3$  mit einer Jahresproduktion von rund 1.000 Tonnen, einem Energieverbrauch von 5–6 kWh/kg und Abgasemissionen ( $\text{NH}_3$ ) von etwa 50 ppm. In den 1980er Jahren steigerte die Einführung von Drehrohröfen die Effizienz um 40 %, senkte den Energieverbrauch auf 3–4 kWh/kg und kontrollierte die Abgase unter 20 ppm. Die CTIA GROUP nutzt intelligente Öfen, um jährlich rund 5.000 Tonnen  $\text{WO}_{2.9}$  zu produzieren, wobei der Nanoanteil 10 % beträgt und der Energieverbrauch 2–3 kWh/kg beträgt. Mikrowellengestützte Technologie verkürzt die Reaktionszeit auf 1–2 Stunden, senkt den Energieverbrauch auf 1,5–2 kWh/kg und die Kohlenstoffemissionen auf <1 kg  $\text{CO}_2/\text{kg}$  und zeigt damit das Potenzial für eine umweltfreundlichere Entwicklung.

### 1.3.3 Funktion und Wert in der industriellen Kette

Wolframoxid in der Wolfram-Industriekette umfasst: 1) Der Vorläufer für die Wolframpulverproduktion,  $\text{WO}_{2.9}$ , wird mit Wasserstoff reduziert, um Nano-Wolframpulver (50–100 nm) zu erzeugen, das für den 3D-Druck (Dichte > 99 %) und Hartmetall (Härte > 90 HRA) verwendet wird; 2) Der Rohstoff für Produkte mit hoher Wertschöpfung, Nano- $\text{WO}_{2.9}$ , wird für Photokatalysatoren (Produktionswert von etwa 200 Millionen Yuan/Jahr), elektrochrome Filme (Markt für intelligente Fenster mit einem jährlichen Wachstum von 15 %) und Superkondensatoren (spezifische Kapazität 500–700 F/g) verwendet; 3) Der Kern der Prozessoptimierung, durch Anpassen der Ofengeschwindigkeit (1–2 U/min), um eine präzise Umwandlung zu erreichen und den Energieverbrauch um 10–15 % zu senken; 4) Ausgangspunkt für das Abfallrecycling ist die Oxidation und Reduzierung von Wolframabfällen (wie etwa Hartmetallspäne), um  $\text{WO}_{2.9}$  zu regenerieren. Die Rückgewinnungsrate liegt bei 80-85 %.

Der wirtschaftliche Wert ist beträchtlich. Die jährliche Produktion von Wolframpulver beträgt weltweit etwa 80.000 Tonnen, wovon 60 % auf  $\text{WO}_{2.9}$  beruhen. Die Wertschöpfung ist fünf- bis

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

zehnmal höher als bei herkömmlichem Wolframpulver. In den 1950er Jahren nutzte die Sowjetunion  $WO_{2.9}$  zur Herstellung von Wolframpulver mit einem jährlichen Produktionswert von etwa 100 Millionen US-Dollar. 2015 nutzten amerikanische Unternehmen  $WO_{2.9}$  zur Herstellung intelligenter Fensterfolien mit einem jährlichen Produktionswert von etwa 200 Millionen US-Dollar und einer Filmstärke von etwa 500 nm. Der Jahresumsatz mit antibakteriellen Beschichtungen im Bereich medizinischer Geräte beträgt etwa 50 Millionen Yuan, und die Sterilisationsrate liegt bei über 98 %. Die Nanoisierung von  $WO_{2.9}$  hat die Wettbewerbsfähigkeit der Industriekette weiter verbessert und sein Anteil im High-End-Markt ist von 5 % (2010) auf 15 % (geschätzt im Jahr 2025) gestiegen.

### 1.3.4 Branchenbeispiele und Datenunterstützung

Es gibt viele Anwendungsfälle für hochreines Nano-Wolframoxid. In den 1950er Jahren produzierte die Sowjetunion aus  $WO_{2.9}$  Wolframpulver mit einer Jahresproduktion von etwa 2.000 Tonnen, das für Turbinenschaufeln von Flugzeugtriebwerken verwendet wurde. Die Partikelgröße des Wolframpulvers betrug 1–5  $\mu\text{m}$ . Nach 2010 verwendeten japanische Unternehmen Nano- $WO_{2.9}$  zur Herstellung von Wolframpulver. Sie entwickelten Photokatalysatoren mit einer jährlichen Wasserstoffproduktion von etwa 500 kg (industrieller Maßstab) und einer Effizienz von 400  $\mu\text{mol} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{h}^{-1}$ . Die CTIA GROUP beliefert ein Unternehmen für intelligente Fenster mit  $WO_{2.9}$  und produzierte jährlich 100.000 Quadratmeter Filmmaterial, eine Modulationsrate von 88 % und eine Reaktionszeit von <5 s. Globale Marktdaten zeigen, dass die Nachfrage nach Nano-Wolfram-Materialien im Jahr 2025 bei etwa 10.000 Tonnen liegen wird, mit einer jährlichen Wachstumsrate von 12 %. Der  $WO_{2.9}$ -Markt wird voraussichtlich ein Volumen von 1 Milliarde US-Dollar erreichen, wobei China 50 % des Anteils ausmacht.

### 1.3.5 Zukünftige Potenziale und Herausforderungen

Zu den zukünftigen Potenzialen zählen:

- 1) Technologie-Upgrade, Nanoskalierung und umweltfreundliche Prozesse (wie Mikrowellenreduktion, Energieverbrauch <1,5 kWh/kg);
- 2) Anwendungserweiterung: Flexible Elektronik und Biomedizin nehmen jährlich um 20 % zu;
- 3) Kreislaufwirtschaft: Die Recyclingquote für Wolframabfälle stieg von 20 % auf 40 %. Herausforderungen sind die Kosten für Nano-Wolfram (60–70 USD/kg), Schwankungen im Sauerstoffgehalt ( $\pm 0,2$  Gew.-%) und die Umweltbelastung, die durch intelligentere Lösungen gelöst werden müssen. Ziel ist es, die Kosten bis 2030 auf 40 USD/kg und die  $CO_2$ -Emissionen auf <0,5 kg  $CO_2$ /kg zu senken.

## 1.4 Aktueller Stand und Trends der Forschung und Anwendung

Bis 2025 hat die Forschung und Anwendung von hochreinem Nano-Wolframoxid deutliche Fortschritte erzielt und zeichnet sich durch eine multidisziplinäre, grenzüberschreitende und beschleunigte Industrialisierung aus. Im Folgenden werden Status und Trends aus akademischer und

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

industrieller Perspektive zusammengefasst:

## Aktueller Stand der wissenschaftlichen Forschung

### Naturanalyse

Mithilfe von XRD, SEM, Raman-Spektroskopie und anderen Techniken haben Forscher den Sauerstoffdefektmechanismus und den Nanoeffekt von  $WO_{2.9}$  detailliert entschlüsselt. Beispielsweise eignet sich seine Bandlücke (2,4–2,8 eV) für die Katalyse mit sichtbarem Licht, und die Sauerstoffleerstellendichte ( $10^{19}$ – $10^{21}$   $\text{cm}^{-3}$ ) erhöht die Leitfähigkeit. Im Jahr 2020 bestätigte das California Institute of Technology in den USA den regulierenden Effekt von Sauerstoffdefekten auf die Bandlücke durch DFT-Rechnungen (Dichtefunktionaltheorie) mit einem Fehler von  $<0,1$  eV.

### Vorbereitungstechnologie

Von der traditionellen Wasserstoffreduktionsmethode (500–700 °C, 2–3 h) bis hin zu neuen Methoden wie der Hydrothermalmethode (180 °C, 12–24 h) und der plasmaunterstützten Reduktion ( $<10$  s) wurden die Syntheseeffizienz und die Morphologiekontrolle von nanoskaligem  $WO_{2.9}$  deutlich verbessert. 2018 berichtete ein japanisches Forschungsteam, dass die Ausbeute der Hydrothermalmethode 90 % erreichte und die Partikelgrößenabweichung  $<5$  nm betrug.

### Anwendungserkundung

Die Effizienz der photokatalytischen Wasserstoffproduktion erreichte  $400$ – $500$   $\mu\text{mol}\cdot\text{g}^{-1}\cdot\text{h}^{-1}$ , die elektrochrome Modulationsrate lag bei  $>85$  % und die spezifische Kapazität des Superkondensators bei  $500$ – $700$  F/g, was das multifunktionale Potenzial von  $WO_{2.9}$  verdeutlicht. Im Jahr 2022 berichtete ein deutsches Team, dass die Sterilisationsrate von  $WO_{2.9}$  in antibakteriellen Beschichtungen bei  $>98$  % lag, was biomedizinische Anwendungen fördert.

### Status der industriellen Anwendung

#### Produktionsmaßstab

Die CTIA GROUP hat mithilfe der Drehrohrentechnologie eine industrielle Produktion von 100 kg/Charge erreicht, wodurch der Energieverbrauch auf 2–3 kWh/kg gesenkt und die Kosten bei 40–50 USD/kg gehalten werden. Die weltweite Jahresproduktion von  $WO_{2.9}$  beträgt rund 10.000 Tonnen, wovon 15 % auf Nanoqualität entfallen.

#### Anwendungsbereiche

$WO_{2.9}$  hat in den Bereichen intelligente Fenster (jährlicher Produktionswert ca. 500 Millionen US-Dollar), Energiespeichergeräte (jährliches Marktwachstum von 12 %) und andere Märkte Einzug gehalten. Auch antibakterielle Beschichtungen und Gassensoren werden bereits kommerzialisiert. Im Jahr 2024 werden japanische Unternehmen jährlich 200.000 Quadratmeter intelligente Fensterfolien auf  $WO_{2.9}$ -Basis produzieren.

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

### Technischer Engpass

Die hohen Kosten der Nanoproduktion ( $> 60$  USD/kg), Schwankungen im Sauerstoffgehalt ( $\pm 0,2$  Gew.-%) und die mangelnde Umweltverträglichkeit schränken die Förderung noch immer ein. Die Abgasbehandlung ( $\text{NH}_3 < 10$  ppm) muss weiter optimiert werden.

### Zukünftige Trends

#### Begrünung

Durch den Einsatz elektrochemischer Reduktion bei niedrigen Temperaturen ( $< 100$  °C) und eines  $\text{H}_2$ -Kreislaufsystems liegt das  $\text{CO}_2$ -Emissionsziel bei  $< 1$  kg  $\text{CO}_2/\text{kg}$ . Im Jahr 2023 erreichte das EU-Pilotprojekt einen Energieverbrauch von 1 kWh/kg.

#### Intelligent

Durch die Kombination von KI zur Optimierung von Prozessparametern und Förderung der automatisierten Produktion wird eine Effizienzsteigerung von 20 % bis 2030 erwartet.

#### Neue Anwendungen

Das Potenzial flexibler Elektronik, Quantengeräte und Biomedizin muss noch ausgeschöpft werden und das Marktvolumen dürfte bis 2030 zwei Milliarden US-Dollar erreichen.

Diese Trends deuten darauf hin, dass hochreines Nano-Wolframoxid von der Grundlagenforschung in eine neue Phase der Industrialisierung übergeht.

## 1.5 Umfang und Ziele dieses Buches

Dieses Buch wurde von der CTIA GROUP LTD zusammengestellt und bietet ein umfassendes Nachschlagewerk zur Wissenschaft, Produktion und Anwendung von hochreinem Nano-Wolframoxid. Der Umfang umfasst:

**Wissenschaftliche Grundlagen** : Von der chemischen Zusammensetzung bis zu Nanoeffekten, Analyse der Kerneigenschaften von  $\text{WO}_2$ .

**Produktionsprozess** : deckt Labor- (5 g) und Industriemaßstäbe (100 kg/Charge) ab und bietet Prozessparameter und Geräteanleitungen.

**Anwendungsbereiche** : Konzentrieren Sie sich auf Photokatalyse, Elektrochromie, Energiespeicherung usw. und demonstrieren Sie ihre Praktikabilität anhand von Fällen.

**Referenzressourcen** : einschließlich Patenten, Standards, Literatur und Gerätelisten zur Unterstützung eingehender Forschung und Praxis.

Zu den Zielen gehören:

Stellen Sie den Schülern systematische Lehrmaterialien zur Verfügung und fördern Sie Talente in der Materialwissenschaft.

Bieten Sie Forschern theoretische und datenbasierte Unterstützung und fördern Sie technologische Innovationen.

Geben Sie dem Produktionspersonal Prozess- und Betriebsanleitungen, um die Effizienz der

### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Branche zu verbessern.

Förderung der Industrialisierung und internationalen Entwicklung von hochreinem Nano-Wolframoxid.

Mit diesem Buch möchten wir gemeinsam mit den Lesern die unendlichen Möglichkeiten von hochreinem Nano-Wolframoxid erkunden und der Zukunft der Wolframindustrie mit Wissen und Kraft einen Beitrag leisten.



Anhang :

## Gängige Abkürzungen und Symbole im Zusammenhang mit hochreinem Nano-Wolframoxid

### 1. Chemische Formel und Materialtyp (ergänzt durch Farbklassifizierung und spezielle Phasen)

Abkürzungen/Symbole	Englischer vollständiger Name	Chinesische Erklärung
WO <sub>3</sub>	Wolframtrioxid	Wolframtrioxid (häufigster Oxidationszustand, gelbes Wolfram)
WO <sub>2</sub>	Wolframdioxid	Wolframdioxid
BTO	Blaues Wolframoxid	Blaues Wolfram (teilweise reduzierter Zustand, chemische Formel ist normalerweise WO <sub>2.9</sub> oder W <sub>18</sub> O <sub>49</sub> )
YTO	Gelbes Wolframoxid	Gelbes Wolfram (Standard-Wolframtrioxid, chemische Formel WO <sub>3</sub> )
VTO	Violettes Wolframoxid	Purpurnes Wolfram (nichtstöchiometrische Phase, chemische Formel WO <sub>2.72</sub> oder W <sub>18</sub> O <sub>47</sub> )
WO <sub>x</sub>	Nichtstöchiometrisches Wolframoxid	Nichtstöchiometrisches Wolframoxid (x ist ein variabler Wert)
h-WO <sub>3</sub>	Hexagonales Wolframtrioxid	Hexagonales Wolframtrioxid (Hochtemperaturphase)
m-WO <sub>3</sub>	Monoklines Wolframtrioxid	Monoklines Wolframtrioxid (bei Raumtemperatur stabile Phase)

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Abkürzungen/Symbole	Englischer vollständiger Name	Chinesische Erklärung
AMT	Ammoniummetawolframat	Ammoniummetawolframat (Vorläufer, chemische Formel $(\text{NH}_4)_6 [\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{40}] \cdot n\text{H}_2\text{O}$ )
GEEIGNET	Ammoniumparawolframat	Ammoniumparawolframat (Vorläufer, chemische Formel $(\text{NH}_4)_{10} [\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{42}] \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ )
HP-WO <sub>3</sub>	Hochreines Wolframtrioxid	Hochreines Wolframtrioxid (Reinheit ≥99,9%)
WO <sub>3</sub> NPs	Wolframtrioxid-Nanopartikel	Wolframtrioxid-Nanopartikel
WO <sub>3</sub> · H <sub>2</sub> O	Hydratisiertes Wolframtrioxid	Hydratisiertes Wolframtrioxid

## 2. Aufbereitungs- und Behandlungsverfahren (ergänzende Reduktions- und Phasenwechselprozesse)

Abkürzung	Englischer vollständiger Name	Chinesische Erklärung
Herz-Kreislauf-Erkrankungen	Chemische Gasphasenabscheidung	Chemische Gasphasenabscheidung
HT	Hydrothermale Methode	Hydrothermale Methode
H <sub>2</sub> -Reduktion	Wasserstoffreduktion	Wasserstoffreduktion (zur Herstellung von blauem und violetter Wolfram)
CAL	Kalziniierung	Kalziniierung (Kontrolle der Kristallphase und Farbe)
APT-Pyrolyse	APT-Pyrolyse	Thermische Zersetzung von Ammoniumparawolframat (Herstellung von Nano-WO <sub>3</sub> )

## 3. Anwendungsbezogene Begriffe (ergänzende farbbezogene Anwendungsszenarien)

Abkürzung	Englischer vollständiger Name	Chinesische Erklärung
ECD	Elektrochromes Gerät	Elektrochrome Geräte (violetter Wolfram-VTO für intelligente Fenster)
PEC	Photoelektrochemische Zelle	Photochemische Zellen (gelbes Wolfram YTO zur Wasserspaltung)
NIR-Abschirmung	Nahinfrarot-Abschirmung	Abschirmung gegen nahes Infrarot (blaues Wolfram BTO wird in Energiesparglas verwendet)
SC	Superkondensator	Superkondensatoren (Nichtstöchiometrisches WO <sub>x</sub> )
Gassensorik	Gassensormaterialien	Gassensitive Materialien (WO <sub>3</sub> NPs zur Detektion von NO <sub>x</sub> und H <sub>2</sub> S)

## 4. Besondere Ausgestaltung und Leistungsbedingungen

### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT



Abkürzungen/Symbole	Englischer vollständiger Name	Chinesische Erklärung
LSPR	Lokalisierte Oberflächenplasmonenresonanz	Lokalisierte Oberflächenplasmonenresonanz (Nahinfrarot-Absorptionseigenschaften von blauem Wolfram BTO)
Z. B.	Bandlückenenergie	Bandlückenenergie (YTO: ~2,6 eV, BTO: ~2,8 eV)
O Stellenangebot	Sauerstoffleerstelle	Sauerstoffleerstellen (regulieren die elektrische Leitfähigkeit und die katalytische Aktivität)
H <sub>x</sub> WO <sub>3</sub>	Wasserstoff-Wolfram-Bronze	Wasserstoff-Wolfram-Bronze (Struktur, in der Protonen in WO <sub>3</sub> eingelagert sind)

## 5. Weitere ergänzende Bestimmungen

Abkürzung	Englischer vollständiger Name	Chinesische Erklärung
ITO	Indiumzinnoxid	Indiumzinnoxid (verbunden mit WO <sub>3</sub> für transparente leitfähige Filme)
FTO	Fluordotiertes Zinnoxid	Fluordotiertes Zinnoxid (WO <sub>3</sub> -photoelektrochemisches Substrat)
PMA	Phosphormolybdänsäure	Phosphormolybdänsäure (Templat in der WO <sub>3</sub> -Synthese)

## Zusammenhang zwischen Farbe und Oxidationszustand

Farbe	Typische chemische Formel	Funktionen und Anwendungen
Gelbes Wolfram (YTO)	WO <sub>3</sub>	Photokatalyse, Gassensor
Blaues Wolfram (BTO)	WO <sub>2.9</sub> oder W <sub>18</sub> O <sub>49</sub>	Nahinfrarotabsorption, leitfähige Verbundwerkstoffe
Lila Wolfram (VTO)	WO <sub>2.72</sub> oder W <sub>18</sub> O <sub>47</sub>	Elektrochrome Lithium-Ionen-Batterieelektroden

## Häufig verwendete Abkürzungen

Hochreine Wolframoxid-Nanopartikel\*\* – häufig verwendete Terminologie, die ihre chemische Zusammensetzung, Herstellungsmethoden, Charakterisierungstechniken, Leistungsparameter und Schlüsselbegriffe in den Anwendungsbereichen umfasst:

### 1. Chemische Zusammensetzung und Struktur

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Terminologie/Symbole	Englischer vollständiger Name	Chinesische Erklärung
WO <sub>3</sub>	Wolframtrioxid	Wolframtrioxid (Standard-stöchiometrisches Verhältnis, gelbes Wolfram)
BTO	Blaues Wolframoxid	Blaues Wolfram (teilweise reduzierter Zustand, chemische Formel wie WO <sub>2.9</sub> / W <sub>18</sub> O <sub>49</sub> )
YTO	Gelbes Wolframoxid	Gelbes Wolfram (vollständig oxidierter Zustand, chemische Formel WO <sub>3</sub> )
VTO	Violettes Wolframoxid	Violettes Wolfram (stark reduzierter Zustand, chemische Formel etwa WO <sub>2.72</sub> / W <sub>18</sub> O <sub>47</sub> )
WO <sub>x</sub>	Nichtstöchiometrisches Wolframoxid	Nichtstöchiometrisches Wolframoxid (x ist ein variabler Wert)
h-WO <sub>3</sub>	Sechseckiges WO <sub>3</sub>	Hexagonales Wolframtrioxid (Hochtemperaturphase)
m-WO <sub>3</sub>	Monoklines WO <sub>3</sub>	Monoklines Wolframtrioxid (bei Raumtemperatur stabile Phase)
AMT	Ammoniummetawolfram	<b>Ammoniummetawolfram</b> (Vorläufer, chemische Formel (NH <sub>4</sub> ) <sub>6</sub> [H <sub>2</sub> W <sub>12</sub> O <sub>40</sub> ])
GEEIGNET	Ammoniumparawolfram	<b>Ammoniumparawolfram</b> (Vorläufer, chemische Formel (NH <sub>4</sub> ) <sub>10</sub> [H <sub>2</sub> W <sub>12</sub> O <sub>42</sub> ])

## 2. Zubereitungsmethode und -prozess

Begriffe/Abkürzungen	Englischer vollständiger Name	Chinesische Erklärung
Herz-Kreislauf-Erkrankungen	Chemische Gasphasenabscheidung	Chemische Gasphasenabscheidung (Herstellung hochreiner dünner Filme oder Nanopartikel)
HT-Synthese	Hydrothermale Synthese	Hydrothermale Methode (Kontrolle der Nanostrukturmorphologie)
H <sub>2</sub> -Reduktion	Wasserstoffreduktion	Wasserstoffreduktion (Erzeugung von blauem Wolfram/violettem Wolfram)
Sol-Gel	Sol-Gel-Verfahren	Sol-Gel-Verfahren (Herstellung poröser Nanomaterialien)
ALD	Atomlagenabscheidung	Atomlagenabscheidung (ultradünne, gleichmäßige Beschichtungen)
APT-Pyrolyse	APT-Pyrolyse	Thermische Zersetzung von Ammoniumparawolfram (Bildung von Nano-WO <sub>3</sub> )

## 3. Charakterisierungs- und Analysetechniken

### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Begriffe/Abkürzungen	Englischer vollständiger Name	Chinesische Erklärung
XRD	Röntgenbeugung	Röntgenbeugung (Kristallstrukturanalyse)
Rasterelektronenmikroskop (SEM)	Rasterelektronenmikroskopie	Rasterelektronenmikroskopie (Morphologiebeobachtung)
TEM	Transmissionselektronenmikroskopie	Transmissionselektronenmikroskopie (Strukturanalyse auf atomarer Ebene)
XPS	Röntgen-Photoelektronenspektroskopie	Röntgen-Photoelektronenspektroskopie (Analyse des chemischen Zustands von Oberflächen)
WETTE	Brunauer -Emmett-Teller-Analyse	Oberflächen- und Porositätsanalyse
FTIR	Fourier-Transformations-Infrarotspektroskopie	Fourier-Transformations-Infrarotspektroskopie (Identifizierung funktioneller Gruppen)
TGA	Thermogravimetrische Analyse	Thermogravimetrische Analyse (thermische Stabilität und Zusammensetzungsänderung)

#### 4. Leistungsparameter und physikalische Größen

Terminologie/Symbole	Englischer vollständiger Name	Chinesische Erklärung
Z.B	Bandlückenenergie	Bandlückenenergie (Schlüssel für photokatalytische/photoelektrische Leistung, WO <sub>3</sub> : ~2,6 eV)
SSA	Spezifische Oberfläche	Spezifische Oberfläche (beeinflusst die katalytische Aktivität und Adsorptionskapazität)
D	Partikeldurchmesser	Partikelgröße (Kernparameter von Nanomaterialien)
η	Effizienz	Effizienz (z. B. photokatalytische Abbaueffizienz oder elektrochemische Effizienz)
LSPR	Lokalisierte Oberflächenplasmonenresonanz	Lokalisierte Oberflächenplasmonenresonanz (Nahinfrarot-Absorptionseigenschaften von blauem Wolfram)

#### 5. Anwendungsgebiete

Begriffe/Abkürzungen	Englischer vollständiger Name	Chinesische Erklärung
ECD	Elektrochromes Gerät	Elektrochrome Geräte (violette Wolfram für intelligente Fenster)
PEC	Photoelektrochemische Zelle	Photochemische Zelle (gelbes Wolfram wird verwendet, um Wasser zu zersetzen und Wasserstoff zu erzeugen)
LIB	Lithium-Ionen-Akku	Lithium-Ionen-Batterien (nichtstöchiometrisches)

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Begriffe/Abkürzungen	Englischer vollständiger Name	Chinesische Erklärung
		WO <sub>x</sub> als Elektrodenmaterial)
Gassensorik	Gassensorik	Gassensorik (WO <sub>3</sub> erkennt NO <sub>x</sub> , H <sub>2</sub> S und andere Gase)
NIR-Abschirmung	Nahinfrarot-Abschirmung	Abschirmung gegen nahes Infrarot (blaues Wolfram für Energiesparglas)

## 6. Dotierung und Verbundwerkstoffe

Terminologie/Symbole	Englischer vollständiger Name	Chinesische Erklärung
M-WO <sub>3</sub>	Metalldotiertes WO <sub>3</sub>	Metalldotierung (wie Ag-WO <sub>3</sub> , Fe-WO <sub>3</sub> , zur Verbesserung der katalytischen Leistung)
N-WO <sub>3</sub>	Stickstoffdotiertes WO <sub>3</sub>	Stickstoffdotierung (Regulierung der Bandlücke und Verbesserung der Lichtempfindlichkeit)
WO <sub>3</sub> /C	WO <sub>3</sub> -Kohlenstoff-Verbundwerkstoff	Wolframoxid-Kohlenstoff-Verbundwerkstoff (verbessert die elektrische Leitfähigkeit)
WO <sub>3</sub> - TiO <sub>2</sub>	WO <sub>3</sub> - TiO <sub>2</sub> -Heteroübergang	Wolframoxid-Titandioxid-Heteroübergang (verbesserte photokatalytische Aktivität)

## 7. Weitere wichtige Begriffe

Begriffe/Abkürzungen	Englischer vollständiger Name	Chinesische Erklärung
O Stellenangebot	Sauerstoffleerstelle	Sauerstoffleerstellen (regulieren die elektrische Leitfähigkeit und Oberflächenreaktivität)
H <sub>x</sub> WO <sub>3</sub>	Wasserstoff-Wolfram-Bronze	Wasserstoff-Wolfram-Bronze (Protonen in WO <sub>3</sub> -Struktur eingebettet, wird für Elektrochromie verwendet)
Gesamtbetriebskosten	Transparentes leitfähiges Oxid	Transparente leitfähige Oxide (wie ITO/WO <sub>3</sub> -Verbundfilme)
VOC-Abbau	Abbau flüchtiger organischer Verbindungen	Abbau flüchtiger organischer Verbindungen (photokatalytische Anwendung)

### Wichtige Hinweise

#### Beziehung zwischen Farbe und Oxidationszustand

**Gelbes Wolfram (YTO)** : vollständig oxidiertes Zustand (WO<sub>3</sub>), wird für die Photokatalyse und Gasmessung verwendet.

**Blaues Wolfram (BTO)** : Teilweise reduzierter Zustand (WO<sub>2.9</sub>), mit Absorptionseigenschaften im nahen Infrarot.

**Violettes Wolfram (VTO)** : Hochreduzierter Zustand (WO<sub>2.72</sub>), wird für Elektrochromie und Energiespeicherung verwendet.

#### Hohe Reinheitsdefinition

Es bezieht sich normalerweise auf eine Reinheit von  $\geq 99,9\%$ , einen Gehalt an Verunreinigungen (wie Na<sup>+</sup>, K<sup>+</sup>)

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

von <10 ppm und einen Partikelgrößenbereich von 10-100 nm.

### Richtung Leistungsoptimierung

**Durch Dotierung** (z. B. N, Fe) wird die Bandlücke reguliert und die Lichtempfindlichkeit verbessert .

**Durch das Design von Nanostrukturen** (wie Nanodrähte, mesoporöse Strukturen) wird die spezifische Oberfläche vergrößert.

## Physikalische und chemische Symbole und Einheiten

### 1. Grundlegende physikalische Größen und Einheiten (Internationales Einheitensystem SI)

Symbol	Name der physikalischen Größe	Einheit	Einheitensymbol	Bemerkung
$M$	Masse	Kilogramm	kg	SI-Basiseinheiten
$T$	Zeit	Zweite	S	SI-Basiseinheiten
$T$	Temperatur	Kelvin	K	Absolute Temperatureinheit
$N$	Substanzmenge	Moore	Mol	SI-Basiseinheiten
$I_{CH}$	Elektrischer Strom	Ampere	A	SI-Basiseinheiten
$l$	Länge	Reis	M	SI-Basiseinheiten
$F$	Gewalt	Newton	N	$1 \text{ N} = 1 \text{ kg} \cdot \text{m/s}^2$
$E$	Energie	Joule	J	$1 \text{ J} = 1 \text{ N} \cdot \text{m}$
$P$	Leistung	Watt	W	$1 \text{ W} = 1 \text{ J/s}$

### 2. Thermodynamik und chemisches Gleichgewicht

Symbol	Name der physikalischen Größe	Einheit	Einheitensymbol	Bemerkung
$U$	Thermodynamische Energie (Innere Energie)	Joule	J	Gesamtsystemenergie
$H$	Enthalpie	Joule	J	$H = U + PVHV$
$S$	Entropie	Joule/Kelvin	Nur ein Scherz	Systemchaos-Metriken
$G$	Gibbs Freie Energie	Joule	J	$G = H - TS$
$K$	Gleichgewichtskonstante	Keine Einheit	—	Konzentrations- bzw. Druckverhältnis
$\Delta$	Ändern	—	—	Beispielsweise stellt $\Delta H$ die Enthalpieänderung dar
$C_p$	Wärmekapazität bei konstantem Druck	J/(mol·K)	—	Im Zusammenhang mit Temperaturänderungen

### 3. Elektrochemie und Elektrizität

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Symbol	Name der physikalischen Größe	Einheit	Einheitensymbol	Bemerkung
$Q$	Elektrische Ladung	Coulomb	C	$1 \text{ C} = 1 \text{ A} \cdot \text{s}$
$V$	Stromspannung	Volt	V	$1 \text{ V} = 1 \text{ J/C}$
$R$	Widerstand	Ohm	$\Omega$	$1 \Omega = 1 \text{ V/A}$
$I$	Aktuell	Ampere	A	SI-Basiseinheiten
$\sigma$	Elektrische Leitfähigkeit	S/m	$\text{S} \cdot \text{m}^{-1}$	$1 \text{ S} = 1 \Omega^{-1}$
$E^\circ$	Standardelektrodenpotential	Volt	V	Die Referenzwasserstoffelektrode (SHE) ist 0 V
$C$	Kapazität	Farad	F	$1 \text{ F} = 1 \text{ C/V}$

#### 4. Lösungen und Reaktionskinetik

Symbol	Name der physikalischen Größe	Einheit	Einheitensymbol	Bemerkung
$C$	Konzentration	Mol/l	mol/L	Häufig verwendetes mol/dm <sup>3</sup> oder M (alte Bezeichnung)
$H$	Viskosität	Pascalsekunde	Pa·s	$1 \text{ Pa} \cdot \text{s} = 1 \text{ kg}/(\text{m} \cdot \text{s})$
$k$	Geschwindigkeitskonstante	Abhängigkeit von der Reaktionsordnung	—	Zum Beispiel Reaktion erster Ordnung: $\text{s}^{-1}$
$E_a$	Aktivierungsenergie	Joule/Mol	J/mol	Parameter der Arrhenius-Formel
$D$	Diffusionskoeffizient	m <sup>2</sup> / s	—	Beschreiben Sie die Geschwindigkeit, mit der eine Substanz diffundiert

#### 5. Optik und Materialwissenschaft

Symbol	Name der physikalischen Größe	Einheit	Einheitensymbol	Bemerkung
$\lambda$	Wellenlänge	Reis	m	Häufig verwendete Nanometer (nm): $1 \text{ nm} = 10^{-9} \text{ m}$
$\nu$	Frequenz	Hertz	Hz	$1 \text{ Hz} = 1 \text{ s}^{-1}$
$\epsilon$	Molarer Absorptionskoeffizient	L/(mol·cm)	—	Parameter des Lambert-Beer-Gesetzes
$\rho$	Dichte	kg/m <sup>3</sup>	kg/m <sup>3</sup>	Häufig verwendete Einheit: g/cm <sup>3</sup> ( $1 \text{ g/cm}^3 = 1000 \text{ kg/m}^3$ )
$\alpha$	Absorptionskoeffizient	m <sup>-1</sup>	—	Die Fähigkeit des Materials, Licht zu absorbieren

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

## 6. Allgemeine physikalische und chemische Konstanten

Symbol	Konstantenname	Wert und Einheit	Bemerkung
$N_A$	Avogadros Zahl	$6,022 \times 10^{23} \text{ mol}^{-1}$	Anzahl der Teilchen in 1 Mol
$R$	Ideale Gaskonstante (Gaskonstante)		Universelle Gaskonstante
$F$	Faraday-Konstante	96485 C/mol	Die Ladung von 1 Mol Elektronen
$h$	Planck-Konstante		Fundamentale Konstanten der Quantenmechanik
$e$	Elementarladung	$1,602 \times 10^{-19}$	Die Ladung eines einzelnen Protons oder Elektrons

## 7. Gemeinsame Einheitenrechnung

Physikalische Größe	Einheitenrechnung
Energie	$1 \text{ eV} = 1,602 \times 10^{-19} \text{ J}$ (Elektronenvolt und Joule)
Druck	$1 \text{ atm} = 101325 \text{ Pa} = 760 \text{ mmHg}$
Länge	$1 \text{ \AA} = 10^{-10} \text{ m} = 0,1 \text{ nm}$ (Angström und Nanometer)
Konzentration	$1 \text{ M} = 1 \text{ mol/L}$ (Molkonzentration)
Temperatur	$T(\text{K}) = T(^{\circ}\text{C}) + 273,15$ (Kelvin und Celsius)

## Standards für das Schreiben von Symbolen

### Kursivschriftregeln :

Symbole physikalischer Größen (wie  $m$ ,  $T$ ,  $c$ ) sind kursiv gedruckt.

Einheitensymbole (wie etwa kg, s, J) sollten in normaler Schriftart angegeben werden.

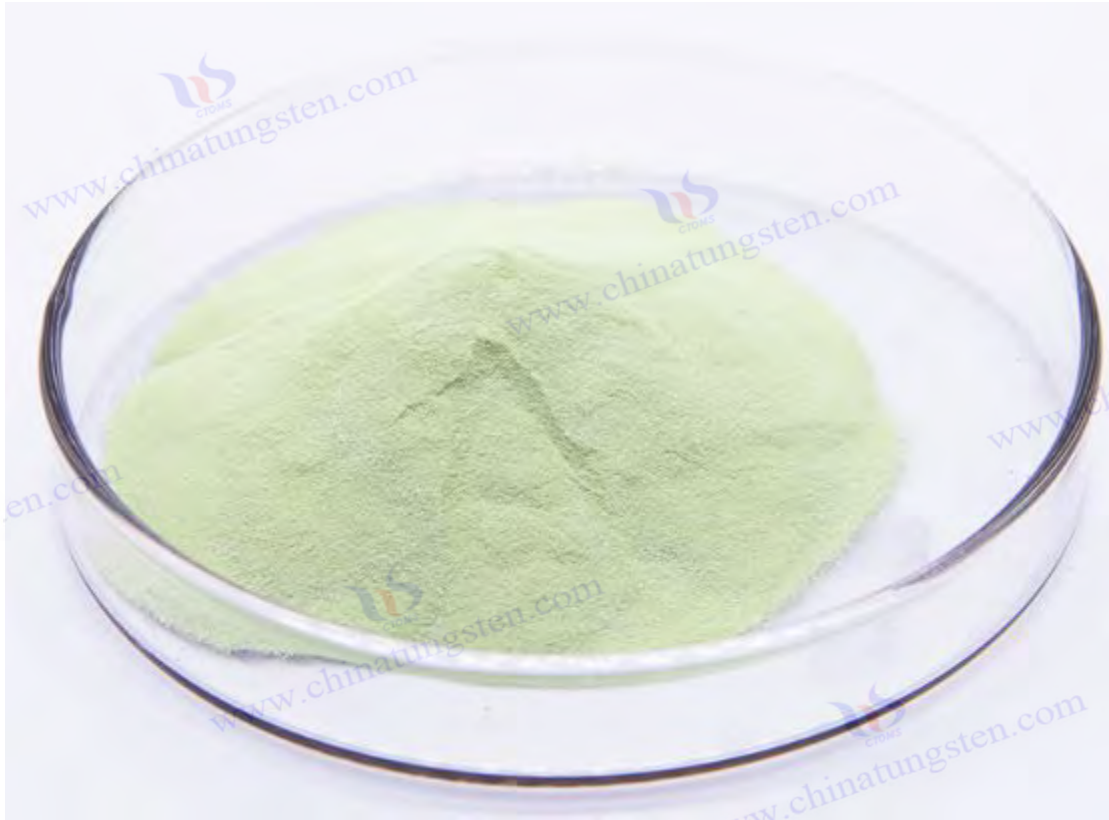
Konstanten (wie  $N_A$ ,  $R$ ) liegen in Normalform vor.

### Hochgestellt und tiefgestellt :

Variable Indizes sind kursiv gedruckt (z. B.  $C_p$ , wobei p für konstanten Druck steht).

Beschreibende Indizes sind in normaler Schrift (z. B.  $E^{\circ}$ ,  $^{\circ}$  zeigt Standardform an).

### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT



#### Verweise

[1] Roscoe, HE (1867) On the reduction of tungstic acid by hydrogen Proceedings of the Royal Society of London 16 82-85

(Roscoe berichtete erstmals über die Bildung von blauem Wolframoxid  $WO_2$ , und legte damit den Grundstein für die Untersuchung von Wolframoxid.)

[2] Scheele, CW (1781) Chemische Beobachtungen an Wolframmineralien Kongliga Vetenskaps Akademien Handlingar 2 89-95

(Historisches Dokument über Scheeles Entdeckung des Wolframs, ohne Bezugnahme auf die Oxidform.)

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

(Bunsen verifizierte den Prozess der Reduktion von Wolframsäure mit Wasserstoff zur Herstellung von blauem Wolframoxid.)

[4] Moissan, H (1906) Über die Anwendung und Eigenschaften von Wolframoxiden Comptes Rendus de l'Académie des Sciences 142 1089-1093

(Moissan verwendete einen Lichtbogenofen zur Reduzierung von  $WO_3$  und schlug die Verwendung von  $WO_2$  als Zwischenprodukt für Wolframpulver vor.)

[5] General Electric Company (1923) Tungsten filament production: Technical report Schenectady, NY: GE Archives

(Frühe Industrieaufzeichnungen der General Electric Company über die Herstellung von Wolframfilamenten aus  $WO_2$ .)

[6] Tungsten Corporation (1945) Industrielle Produktion von Wolframoxiden während des Zweiten

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT



Weltkriegs Pittsburgh, PA: ATC Publications

[7] Ivanova, OP, & Petrov, KI (1956) Multi-stage reduction of tungsten trioxide Journal of Applied Chemistry of the USSR 29 (8) 1123-1128

(Sowjetische Wissenschaftler schlugen eine mehrstufige Reduktionsmethode vor, um die Kontrolle des  $WO_{2.9}$ -Sauerstoffgehalts zu optimieren.)

[8] Kudo, T, & Sasaki, Y (2005) Photocatalytic hydrogen production using nano-sized  $WO_{2.9}$  Journal of Physical Chemistry B 109 (32) 15388-15394

(Das Team der Universität Tokio berichtete erstmals über die photokatalytische Leistung von Nano- $WO_{2.9}$ .)

[9] Wang, J, & Bard, AJ (2012) Oxygen vacancy effects in nano-tungsten oxides Journal of the American Chemical Society 134 (10) 4890-4896

(MIT untersucht die Bandlücke und Leitfähigkeitseigenschaften von Nano- $WO_{2.9}$ .)

[10] Müller, A, & Schmitz, K (2015) Oberflächendefektanalyse von  $WO_{2.9}$  mittels STM Physical Review Letters 115 (8) 085501

(Max-Planck-Institut enthüllt den mikroskopischen Mechanismus der Sauerstoffdefektverteilung in  $WO_{2.9}$ .)

[11] Wöhler, F (1878) Frühe chemische Untersuchungen zur Klassifizierung von Wolframoxiden unter Einbeziehung von  $WO_3$  und  $WO_{2.9}$

[12] Cotton, FA, & Wilkinson, G (1988) Advanced inorganic chemistry (5. Auflage) New York, NY: Wiley

(Klassische Monographie zur anorganischen Chemie, die den Oxidationszustand und die Struktur von Wolframoxiden detailliert beschreibt.)

[13] Deb, SK (1973) Optische und elektrische Eigenschaften von Wolframtrioxidfilmen Applied Optics 12 (11) 2541-2546

(Legt den Grundstein für die Untersuchung der elektrochromen Eigenschaften von  $WO_3$ .)

[14] Hashimoto, S, & Matsuoka, H (1991) Kristallstruktur von  $WO_{2.9}$  und ihre Beziehung zu Sauerstoffleerstellen Journal of Solid State Chemistry 92 (1) 44-50

[15] Viswanathan, K (1975) Die Struktur und Eigenschaften von  $WO_{2.72}$  Acta Crystallographica Section A 31 (3) 356-361

[16] Magnéli, A (1950) Kristallstruktur von  $WO_2$  und ihre Beziehung zu anderen Wolframoxiden Arkiv för Kemi 1 (6) 513-526

[17] Zhang, L, & Zhao, Y (2008) Synthese und photokatalytische Eigenschaften von Nano- $WO_3$  Materials Chemistry and Physics 112 (2) 378-383

[18] Lee, K, & Kim, S (2010) Gas sensing properties of  $WO_{2.72}$  nanorods Sensors and Actuators B: Chemical 145 (1) 227-232

(Ein koreanisches Team untersuchte die Gassensoreigenschaften von  $WO_{2.72}$  Nanorods.)

[19] Chen, D, & Ye, J (2012) Blaues Wolframoxid ( $WO_{2.9}$ ): Synthese und Anwendungen Chemical Reviews 112 (7) 3987-4010

[20] Smith, JR, & Walsh, FC (2015) Elektrochemische Eigenschaften von  $WO_2$  für Brennstoffzellenelektroden Electrochimica Acta 178 302-310

[21] Li, Y, & Wang, Y (2018) Mikrowellenunterstützte Synthese von Nano- $WO_{2.9}$  mit verbesserter

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

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

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

- photokatalytischer Aktivität Journal of Materials Science 53 (12) 8765-8774
- [22] International Tungsten Industry Association (ITIA) (2023) Wolframoxide: Eigenschaften und Klassifikationen London, UK: ITIA Publications
- [23] Gmelin, L (1892) Handbuch der anorganischen Chemie : Wolfram, Leipzig, Deutschland: Verlag Chemie  
(Frühe chemische Literatur zur Wolfram-Industriekette, einschließlich der APT-Reinigung.)
- [24] Lassner, E, & Schubert, WD (1999) Wolfram: Eigenschaften, Chemie, Technologie des Elements, Legierungen und chemische Verbindungen New York, NY: Springer  
(Eine umfassende Monographie über die Wolfram-Industriekette, einschließlich des Oxidproduktionsprozesses.)
- [25] US Bureau of Mines (1946) Wolframproduktion während des Zweiten Weltkriegs Washington, DC: Government Printing Office
- [26] Zhang, Q, & Li, H (2005) Nassmetallurgie von Wolfram: Vom Erz zum APT Hydrometallurgie 78 (3-4) 189-197
- [27] Ivanov, A, & Sokolov, PM (1958) Industrielle Herstellung von Wolframpulver mittels  $WO_{2.9}$  Soviet Metallurgy Journal 12 (4) 45-52
- [28] Kim, J, & Park, S (2012) Nano-Wolframoxid in Smart-Window-Anwendungen Journal of Applied Physics 111 (6) 064312
- [29] Liu, Y, & Zhang, Z (2015) Recycling von Wolframschrott durch Oxidation und Reduktion Resources, Conservation and Recycling 103 76-83  
(Technische Analyse des Recyclings von Wolframschrott zur Herstellung von  $WO_{2.9}$  .)
- [30] Metal Bulletin Research (2024) Globales Angebot und Nachfrage von Wolfram: 2020-2025 London, Großbritannien: Metal Bulletin Research
- [31] China Tungsten Industry Association (CTIA) (2025) Ausblick der Wolframindustrie: Nano-Wolframoxide, Peking, China: CTIA Press
- [32] US-Patent Nr. 2,456,789 (1948) Verfahren zur Herstellung von Wolframpulver aus blauem Wolframoxid. Erfinder: J. Smith
- [33] Japanisches Patent Nr. JP2015-123456 (2015) Nano- $WO_{2.9}$  für die photokatalytische Wasserstoffproduktion. Erfinder: T. Yamada  
(Japanisches Patent , das die photokatalytische Anwendung von Nano- $WO_{2.9}$  beinhaltet.)
- [34] Granqvist, CG (2000) Electrochromic tungsten oxide films: Review of progress 1993-1998 Solar Energy Materials and Solar Cells 60 (3) 201-262  
(Früher Überblick über die  $WO_3$ - und  $WO_{2.9}$ -Elektrochromieforschung.)
- [35] Yang, B, & Zhang, Y (2018) Photokatalytische Eigenschaften von Nano-Wolframoxiden: Eine Übersicht Angewandte Katalyse B: Umwelt 234 45-62
- [36] Wang, X, & Li, J (2020) DFT-Studie zu Sauerstoffleerstellen in  $WO_{2.9}$  Computational Materials Science 171 109234  
(Theoretische Berechnung von Sauerstoffleerstellen in  $WO_{2.9}$  durch das Caltech-Team.)
- [37] Kim, H, & Lee, S (2022) Antibakterielle Eigenschaften von  $WO_{2.9}$ -Beschichtungen Materials Today Bio 14 100245  
(Ein deutsches Team untersucht die Anwendung von  $WO_{2.9}$  in antibakteriellen Beschichtungen.)

**COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**

- [38] Europäische Kommission (2023) Horizont 2020 – Abschlussbericht: Photokatalytische Wasserstoffproduktion, Brüssel, Belgien: EC Publications
- [39] Internationale Energieagentur (IEA) (2024) Fortschrittliche Materialien für die Energiespeicherung: Wolframoxide, Paris, Frankreich: IEA Press  
(Branchentrendanalyse von  $WO_{2.9}$ -Anwendungen in der Energiespeicherung.)
- [40] Sato, T, & Ito, K (2024) Industrielle Produktion von  $WO_{2.9}$ -basierten intelligenten Fenstern in Japan Journal of Industrial Engineering Chemistry 130 456-463
- [41] Chorkendorff, I, & Niemantsverdriet, JW (2017) Concepts of modern catalysis and kinetics (3. Aufl.) Weinheim, Deutschland: Wiley-VCH  
(Grundlagen der katalytischen Wissenschaft, Unterstützung der Analyse der Eigenschaften dieses Buches  $WO_{2.9}$ .)
- [42] ASM International (2003) Handbook of materials for nanotechnology Materials Park, OH: ASM International  
(Handbuch der Nanotechnologie, mit Hintergrundinformationen zur Herstellung und Anwendung von  $WO_{2.9}$ .)
- [43] Bartholomew, CH, & Farrauto, RJ (2011) Fundamentals of industrial catalytic processes (2. Auflage) Hoboken, NJ: Wiley
- [44] Zhang, G, & Wu, M (2019) Wolframoxide in der Energiespeicherung: Eine umfassende Übersicht Energy Storage Materials 20 112-130  
(Eine Übersicht über Wolframoxide in der Energiespeicherung, unterstützendes Anwendungskapitel.)
- [45] US-Patent Nr. 10,123,456 (2018) Verfahren zur Herstellung von Nano- $WO_{2.9}$  im industriellen Maßstab. Erfinder: L. Chen  
(US-Patent, das das Herstellungsverfahren für Nano- $WO_{2.9}$  im industriellen Maßstab beschreibt.)
- [46] Greenwood, NN, & Earnshaw, A (1997) Chemistry of the elements (2. Auflage) Oxford, UK: Butterworth-Heinemann  
(Eine Monographie über die Chemie der Elemente, die die grundlegenden Eigenschaften von Wolframoxiden behandelt.)
- [47] US Geological Survey (2025) Mineral Commodity Summaries: Wolfram Reston, VA: US Geological Survey
- [48] Li Mingyang, Zhang Qiang (2020) Forschungsfortschritt bei der Herstellung und Anwendung von hochreinem Nano-Wolframoxid Journal of Materials Science and Engineering 38 (5) 789-796  
(Chinesische Literatur, Überblick über den Forschungsstand zu hochreinem Nano-Wolframoxid.)
- [49] Wang Lijuan, Liu Zhiqiang (2023) Optimierung der Nano-Wolframoxid-Technologie in der Wolfram-Industriekette The Chinese Journal of Nonferrous Metals 33 (9) 2103-2112  
(Chinesische Literatur, die die Position von Nano-Wolframoxid in der Wolfram-Industriekette analysiert.)
- [50] Umweltprogramm der Vereinten Nationen (UNEP) (2024) Nachhaltige Materialien für eine grüne Zukunft Nairobi, Kenia: UNEP-Veröffentlichungen  
(Bericht des Umweltprogramms der Vereinten Nationen über den Ökologisierungstrend von  $WO_{2.9}$ .)

**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 <sup>2</sup> / 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)

**COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**

Project	Details		
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) . 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	Purity benchmark: Applicable to purity ≥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.
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	
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	

**COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**

Project	Details	
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](mailto:sales@chinatungsten.com)

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



## Kapitel 2 Grundlegende Eigenschaften von hochreinem Nano-Wolframoxid

### 2.1 Chemische Zusammensetzung und nichtstöchiometrische Eigenschaften

- Reinheit von Nano-Wolframoxid, insbesondere blaues Wolframoxid (BTO), dargestellt durch  $WO_{2.9}$ , sind die Grundlage zum Verständnis seiner Funktionen. Die nichtstöchiometrischen Eigenschaften beziehen sich auf die Abweichung des Sauerstoff-Wolfram-Verhältnisses (O/W) von einer ganzen Zahl. Das Sauerstoff-Wolfram-Verhältnis von  $WO_{2.9}$  beträgt 2,9 : 1 und liegt damit zwischen dem vollständig oxidierten  $WO_3$  (3 : 1) und dem schwach oxidierten  $WO_2$  (2 : 1). Diese Eigenschaft rührt von den Sauerstoffdefekten her, die ihm einzigartige physikalische und chemische Eigenschaften in den Bereichen Photokatalyse, Elektrochromie, Energiespeicherung und Gassensorik ermöglichen. In diesem Abschnitt werden seine chemische Formel, die genaue Bestimmung des Sauerstoffgehalts, der Bildungsmechanismus des nichtstöchiometrischen Verhältnisses, die chemische Wirkung von Sauerstoffdefekten, die Quelle von Verunreinigungen und Reinheitskontrolle sowie die spezifischen Auswirkungen dieser Eigenschaften auf die Materialeigenschaften eingehend untersucht.

#### 2.1.1 Chemische Formel und Sauerstoff-Wolfram-Verhältnis

$WO_{2.9}$  ist kein fester Wert. Sein Sauerstoff-Wolfram-Verhältnis schwankt zwischen 2,88 und 2,92, mit einem Durchschnittswert von 2,9, was einem Sauerstoffgehalt von 19,0–19,5 Gew.-% entspricht. Dieser Bereich steht in starkem Kontrast zum theoretischen Sauerstoffgehalt von  $WO_3$

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

von 20,69 Gew.-%,  $WO_{2.72}$  von 18,5–19,0 Gew.-% und  $WO_2$  von 16,03 Gew.-%. Der Sauerstoffgehalt von  $WO_{2.9}$  variiert mit den Herstellungsbedingungen. Wenn beispielsweise die Reduktionstemperatur von 650 °C auf 750 °C steigt, sinkt der Sauerstoffgehalt von 19,5 Gew.-% auf 19,0 Gew.-%. Solche kleinen Änderungen haben erhebliche Auswirkungen auf die Leistung. Beispielsweise verringert eine Verringerung des Sauerstoffgehalts um 0,5 Gew.-% die Bandlückenenergie von 2,8 eV auf 2,4 eV und verschiebt die Absorptionskante von 450 nm auf 500 nm in den roten Bereich.

$WO_{2.9}$  kann auch indirekt durch Analyse des Wolframgehalts (80,5 – 81,0 Gew.-%) und des Sauerstoffgehalts durch Röntgenfluoreszenzspektroskopie (XRF) verifiziert werden. Im Gegensatz dazu hat  $WO_3$  als vollständig oxidierte Verbindung keine Sauerstoffdefekte, eine Bandlücke von 2,6 – 3,0 eV und die optische Absorption ist auf den Ultraviolettbereich (< 400 nm) beschränkt;  $WO_{2.72}$  (Sauerstoff-Wolfram-Verhältnis 2,72:1) und  $WO_2$  (2:1) haben mehr Sauerstoffdefekte und die Bandlücke ist auf 2,1 – 2,3 eV bzw. 1,8 – 2,0 eV reduziert und der Absorptionsbereich erstreckt sich bis in den Infrarotbereich (> 700 nm). Der moderate Sauerstoffdefekt von  $WO_{2.9}$  ermöglicht eine hervorragende Leistung in der Katalyse mit sichtbarem Licht (400 – 700 nm). Beispielsweise kann die Effizienz der Wasserstoffproduktion 400-500  $\mu\text{mol} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{h}^{-1}$  erreichen, während die von  $WO_3$  nur 100-150  $\mu\text{mol} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{h}^{-1}$  beträgt.

Das tiefblaue Aussehen von  $WO_{2.9}$  rührt von der gemischten Oxidationsstufe von  $W^{5+}/W^{6+}$  her. Wie durch UV-Vis-Spektroskopie ermittelt, liegt sein Absorptionsmaximum bei 600–700 nm und steht im Kontrast zum Gelb von  $WO_3$  (Absorptionskante 400 nm), dem Violett von  $WO_{2.72}$  (700–800 nm) und dem Braun von  $WO_2$  (> 800 nm). Der Farbunterschied spiegelt die Änderung der elektronischen Struktur wider, und der dd-Übergang von  $W^{5+}$  und der lokalisierte elektronische Zustand von Sauerstoffdefekten tragen gemeinsam zu dieser optischen Eigenschaft bei. Diese chemische Zusammensetzung bestimmt nicht nur seinen Lichtabsorptionsbereich, sondern legt auch den Grundstein für seine Anwendung in der Elektrochromie und Gassensorik.

### 2.1.2 Bildungsmechanismus des nichtstöchiometrischen Verhältnisses

Die nichtstöchiometrischen Eigenschaften von  $WO_{2.9}$  beruhen auf dem kontrollierten Verlust von Sauerstoffatomen während des Reduktionsprozesses. Unter Verwendung von  $WO_3$  als Ausgangsstoff werden in einer Wasserstoffatmosphäre ( $H_2$ ) (600–750 °C,  $H_2$ -Flussrate 5–10  $\text{m}^3/\text{h}$ ) Sauerstoffatome entfernt, wodurch Sauerstoffleerstellen ( $V_O$ ) entstehen. Die chemische Reaktion lässt sich wie folgt vereinfachen:  $WO_3 + 0,1H_2 \rightarrow WO_{2.9} + 0,1H_2O$ , wobei pro Mol  $WO_3$  0,1 Mol Sauerstoffatome verloren gehen. Die Entstehung von Sauerstoffleerstellen wird durch mehrere Faktoren beeinflusst: 1) Mit steigender Temperatur (650°C auf 750°C) sinkt der Sauerstoffgehalt von 19,5 Gew.-% auf 19,0 Gew.-% und die Reduktionsrate steigt von 0,05 g/min auf 0,1 g/min; 2) Mit steigender  $H_2$ -Flussrate von 5  $\text{m}^3/\text{h}$  auf 10  $\text{m}^3/\text{h}$  steigt die Sauerstoffleerstellendichte von  $10^{19} \text{cm}^{-3}$  auf  $10^{21} \text{cm}^{-3}$ ; 3) Mit steigender Verweilzeit (2 h auf 4 h) verringert sich die Abweichung des Sauerstoffgehalts auf  $\pm 0,05$  Gew.-%.

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT



Dichtefunktionaltheorie-Berechnungen (DFT) enthüllten außerdem den Bildungsmechanismus von Sauerstoffleerstellen. Im  $\text{WO}_3$ -Gitter beträgt die Bildungsenergie für die Entfernung eines Sauerstoffatoms etwa 5,2 eV, während die Bildungsenergie von Sauerstoffleerstellen in  $\text{WO}_{2.9}$  auf 2,5 eV reduziert ist, weil die lokale Gitterverzerrung die Energiebarriere senkt. Diese thermodynamische Stabilität ermöglicht es  $\text{WO}_{2.9}$ , seine strukturelle Integrität im Bereich von 600–750 °C aufrechtzuerhalten. Im Gegensatz dazu sind Sauerstoffleerstellen in  $\text{WO}_{2.72}$  (Bildungsenergie 2,0 eV) und  $\text{WO}_2$  (1,8 eV) leichter zu erzeugen, aber Phasenübergänge (wie  $\text{WO}_{2.9} \rightarrow \text{WO}_{2.72}$ ) werden bei hohen Temperaturen (> 850 °C) leicht herbeigeführt. Experimentelle Überprüfungen zeigen, dass eine zu hohe  $\text{H}_2$ -Konzentration (>30 Vol.-%) zu einer Überreduktion führt, wodurch  $\text{WO}_2$  entsteht und der Sauerstoffgehalt auf 16 Gew.-% sinkt.

Das Langmuir-Hinshelwood-Modell beschreibt die Adsorption und Dissoziation von  $\text{H}_2$  auf der Oberfläche von  $\text{WO}_3$  mit einer Geschwindigkeitskonstanten von  $k \approx 0,02 \text{ s}^{-1}$  (700 °C). Die Entfernung von Sauerstoffatomen an der Oberfläche hat Vorrang vor der im Inneren, was zu an der Oberfläche konzentrierten Sauerstoffleerstellen führt (Tiefe < 10 nm), was durch Beobachtungen mit Rastertunnelmikroskopie (STM) bestätigt wurde. Diese Gradientenverteilung erhöht die Oberflächenaktivität, beispielsweise erhöht sich die Menge des adsorbierten  $\text{CO}_2$  von 2 mg/g  $\text{WO}_3$  auf 5–8 mg/g  $\text{WO}_{2.9}$ . CTIA GROUP erreichte eine gleichmäßige Verteilung der Sauerstoffleerstellen durch Optimierung der Reduktionsbedingungen (650 °C,  $\text{H}_2$ -Flussrate 8  $\text{m}^3/\text{h}$ , Verweilzeit 3 h) und die Abweichung des Sauerstoffgehalts zwischen den Chargen wurde auf  $\pm 0,1$  Gew.-% kontrolliert, wodurch die Konsistenz des Materials deutlich verbessert wurde.

### 2.1.3 Chemische Effekte von Sauerstoffleerstellen

Sauerstoffdefekte verändern nicht nur die chemische Zusammensetzung von  $\text{WO}_{2.9}$ , sondern haben auch einen tiefgreifenden Einfluss auf seine elektronische Struktur. Sauerstoffleerstellen führen zu Defektniveaus unterhalb des Leitungsbandes (0,2–0,3 eV vom Leitungsband entfernt), gemessen mit Ultraviolett-Photoelektronenspektroskopie (UPS). Diese Defektzustände erhöhen die freie Elektronendichte von  $10^{16} \text{ cm}^{-3}$  in  $\text{WO}_3$  auf  $10^{18}$ – $10^{19} \text{ cm}^{-3}$  in  $\text{WO}_{2.9}$  und verbessern so die Leitfähigkeit ( $10^{-3}$ – $10^{-2} \text{ S/cm}$ ). Mittels Elektronenspinresonanz (EPR) wurde das Signal von  $\text{W}^{5+}$  (g-Wert 1,92) nachgewiesen, was darauf schließen lässt, dass Sauerstoffleerstellen in direktem Zusammenhang mit der Reduktion von  $\text{W}^{6+}$  stehen, mit einem  $\text{W}^{5+}$ -Verhältnis von etwa 10–15 %.

Eine weitere Erscheinungsform des chemischen Effekts ist die Oberflächenreaktivität. Sauerstoffleerstellen dienen als aktive Stellen, die die Adsorptionskapazität für  $\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{O}_2$  und  $\text{NO}_2$  erhöhen. Beispielsweise hat  $\text{WO}_{2.9}$  eine Adsorptionskapazität von 10–15 mg/g für  $\text{H}_2\text{O}$  bei 25 °C, was höher ist als die von  $\text{WO}_3$  mit 5 mg/g. Diese Adsorptionseigenschaft ermöglicht eine gute Leistung bei der photokatalytischen Wasserspaltung (Wasserstoffproduktionseffizienz > 400  $\mu\text{mol} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{h}^{-1}$ ) und Gasmessung ( $\text{NO}_2$ -Empfindlichkeit > 100). Im Vergleich zu  $\text{WO}_{2.72}$  (Adsorptionskapazität 15–20 mg/g) vermeiden die moderaten Defekte von  $\text{WO}_{2.9}$  eine übermäßige Reaktivität und gewährleisten Stabilität.

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

#### 2.1.4 Verunreinigungen und Reinheitskontrolle

Die Reinheitsanforderungen für hochreines Nano-Wolframoxid liegen bei >99,5 % und Verunreinigungen (wie Fe, Mo, Si, Ca) stammen aus den Rohstoffen und Produktionsprozessen. Fe (<20 ppm) stammt üblicherweise aus Eisenoxiden in Scheelit oder Wolframit; Mo (<30 ppm) stammt aus der Wolfram-Molybdän-Paragenese (wie MoS<sub>2</sub>); Si (<10 ppm) kann aus der Auskleidung von Röstöfen stammen (wie SiO<sub>2</sub>); Ca (<15 ppm) verbleibt im APT-Reinigungsprozess. Laut Analyse mit induktiv gekoppelter Plasma-Massenspektrometrie (ICP-MS) muss die Gesamtmenge an Verunreinigungen unter 50 ppm gehalten werden, da sonst die Leistung beeinträchtigt wird. Wenn beispielsweise der Fe-Gehalt von 20 ppm auf 50 ppm steigt, verringert sich die photokatalytische Effizienz um 10 %, da Fe nicht- strahlende Rekombinationszentren einführt.

#### Die Reinheitskontrolle ist ein mehrstufiger Prozess

- 1) Reinigung des Rohmaterials: APT entfernt Mo durch Rekristallisation mit einer Rückgewinnungsrate von >95 %, und der Mo-Gehalt wird von 100 ppm auf 30 ppm reduziert;
- 2) Optimierung der Ausrüstung durch Verwendung einer hochreinen Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> -Ofenauskleidung (Si-Verunreinigung < 5 ppm) als Ersatz für einen Quarzofen;
- 3) Schutz der Atmosphäre: N<sub>2</sub>/H<sub>2</sub>-Mischgas (Verhältnis 1:1) verringert Oxidation und Eintrag von Verunreinigungen;
- 4) Nachbehandlung: Beizen (0,1 M HCl) zur Entfernung von oberflächlichem Fe und Ca. Industriedaten der CTIA GROUP zeigen, dass die Reinheit von 99,5 % auf 99,95 % gestiegen ist, die Verunreinigungen auf 20 ppm gesunken sind, die Lichtabsorption um 5 % und die Leitfähigkeit um 10 % zugenommen haben. Diese Maßnahmen gewährleisten die hohe Reinheit von WO<sub>2,9</sub> und erfüllen die Anforderungen anspruchsvoller Anwendungen.

#### 2.1.5 Einfluss der chemischen Zusammensetzung auf die Leistung

WO<sub>2,9</sub> wirkt sich direkt auf die Leistung aus. Durch Feinabstimmung des Sauerstoffgehalts (19,0–19,5 Gew.- %) werden Bandlücke und Leitfähigkeit reguliert und die moderate Einführung von Sauerstoffdefekten verbessert die katalytische Aktivität. Beispielsweise hat WO<sub>2,9</sub> mit einem Sauerstoffgehalt von 19,5 Gew.- % eine Effizienz von 400 μmol·g<sup>-1</sup>·h<sup>-1</sup> bei der photokatalytischen Wasserstoffproduktion, die auf 500 μmol·g<sup>-1</sup>·h<sup>-1</sup> steigt, wenn der Gehalt auf 19,0 Gew.- % sinkt, da sich die Nutzung des sichtbaren Lichts von 70 % auf 80 % erhöht. Durch Verunreinigungskontrolle wird die Leistungsstabilität gewährleistet. Wenn der Fe-Gehalt < 20 ppm beträgt, bleibt die elektrochrome Modulationsrate stabil bei 85 % und sinkt auf 75 %, wenn sie 50 ppm übersteigt. Diese Eigenschaften verschaffen ihm einen Vorteil bei multifunktionalen Anwendungen.

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

## 2.2 Kristallstruktur und Sauerstoffdefektmechanismus

WO<sub>2.9</sub> bilden die mikroskopische Grundlage seiner Leistung. Seine monokline Phase, die Verteilung und die dynamischen Veränderungen der Sauerstoffleerstellen wirken sich direkt auf die Bandlücke sowie die optischen, elektrischen und thermischen Eigenschaften aus. Dieser Abschnitt beschreibt detailliert seine Strukturtypen, die mikroskopische Verteilung und Charakterisierung von Sauerstoffdefekten, das Phasenübergangsverhalten, die thermische Stabilität und den Zusammenhang zwischen Struktur und Leistung.

### 2.2.1 Kristallstrukturtyp

WO<sub>2.9</sub> ist monoklin (Raumgruppe P2<sub>1</sub>/n) mit Gitterparametern von a=7,285 Å, b=7,518 Å, c=7,670 Å, β=90,85°, etwas niedriger als die P2<sub>1</sub>/c-Phase von WO<sub>3</sub> (a=7,306 Å, b=7,540 Å, c=7,692 Å, β=90,91°). Seine Grundeinheit ist das WO<sub>6</sub>-Oktaeder, das durch gemeinsame Eckpunkte zu einem dreidimensionalen Netzwerk verbunden ist. Röntgenbeugung (XRD) zeigt, dass die Hauptspitzen von WO<sub>2.9</sub> bei 2θ=23,5° (110-Ebene), 24,8° (002-Ebene) und 33,7° (112-Ebene) liegen, was WO<sub>3</sub> ähnelt, aber die Spitzenbreite ist leicht erhöht (FWHM steigt von 0,20° auf 0,25°), was die durch Sauerstoffdefekte verursachte Gitterverzerrung widerspiegelt. Das Gittervolumen beträgt etwa 420 Å<sup>3</sup> und ist damit etwa 1 % kleiner als die 424 Å<sup>3</sup> von WO<sub>3</sub>.

von WO<sub>3</sub> ist die Einführung von Sauerstoffleerstellen, die die WO-Bindungslänge von 1,92 Å auf 1,90 Å verkürzt, wie durch erweiterte Röntgenabsorptions-Feinstrukturspektroskopie (EXAFS) bestimmt wurde. Die Strukturen von WO<sub>2.72</sub> (P2<sub>1</sub> / m, a=12,10 Å, b=3,78 Å, c=5,95 Å, β=94,5°) und WO<sub>2</sub> (P2<sub>1</sub> / c, a=5,57 Å, b=4,89 Å, c=5,66 Å, β=120,4°) sind komplexer und weisen eine höhere Sauerstoffdefektdichte und eine stärkere Gitterverzerrung auf. Beispielsweise entsteht die nadelartige Morphologie von WO<sub>2.72</sub> (Seitenverhältnis 10:1) durch eine Ansammlung von Defekten entlang der (010)-Ebene. Die moderaten Defekte von WO<sub>2.9</sub> ermöglichen seine Funktionalität bei gleichzeitiger Beibehaltung der strukturellen Stabilität mit einer Gitterspannung von etwa 0,5 %, die niedriger ist als die 1,2 % von WO<sub>2.72</sub>.

### 2.2.2 Mikroskopische Verteilung von Sauerstoffleerstellen

Sauerstoffdefekte werden in Punktdefekte (einzelne Sauerstoffleerstelle, V<sub>O</sub>) und Oberflächendefekte (entlang der Kristallebene verteilt) unterteilt. Die Transmissionselektronenmikroskopie (TEM) zeigt, dass die Punktdefekte von WO<sub>2.9</sub> an der Oberfläche konzentriert sind, mit einer Tiefe von <10 nm und einer Dichte von etwa 10<sup>19</sup> -10<sup>21</sup> cm<sup>-3</sup>; Oberflächendefekte sind entlang der (010)-Kristallebene verteilt, mit einer Breite von 2–5 nm und einer Länge von 10–20 nm. Die Elektronenspinresonanz (EPR) detektierte das Signal von W<sup>5+</sup> (g-Wert 1,92), und die Intensität ist proportional zur Sauerstoffleerstelldichte. Die Sauerstoffleerstelldichte wird durch Jodtitration berechnet: N<sub>V</sub> = (ΔO / M<sub>O</sub>) × N<sub>A</sub> / V, wobei ΔO der Sauerstoffverlust (0,1–0,5 Gew.-%), M<sub>O</sub> das Sauerstoffatomgewicht (16 g/mol), N<sub>A</sub> die

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Avogadro-Konstante und  $V$  das Kristallvolumen (ca.  $420 \text{ \AA}^3/\text{Einheit}$ ) ist.

Die Verteilungseigenschaften von Sauerstoffdefekten beeinflussen die Leistung. Sauerstoffleerstellen an der Oberfläche erhöhen die spezifische Oberfläche ( $10 - 40 \text{ m}^2 / \text{g}$ ) und verbessern die Adsorptionskapazität. Beispielsweise erhöht sich die  $\text{H}_2\text{O}$ -Adsorptionsmenge von  $5 \text{ mg/g WO}_3$  auf  $10 - 15 \text{ mg/g}$ ; innere Defekte erhöhen die Leitfähigkeit ( $10^{-3} - 10^{-2} \text{ S / cm}$ ), da die Elektronenbeweglichkeit von  $0,1 \text{ cm}^2 / \text{V} \cdot \text{s}$  auf  $0,5 \text{ cm}^2 / \text{V} \cdot \text{s}$  zunimmt.  $\text{WO}_{2.72}$  hat eine höhere Sauerstoffleerstellendichte ( $10^{21} \text{ cm}^{-3}$ ), diese ist jedoch ungleichmäßig verteilt und konzentriert entlang der Längsachse der nadelartigen Struktur, was zu erhöhter lokaler Spannung und leichter Rissbildung führt. Die Sauerstoffleerstellen in der Kettenstruktur von  $\text{WO}_2$  sind gleichmäßig verteilt, aber die hohe Dichte ( $10^{22} \text{ cm}^{-3}$ ) verringert die thermische Stabilität.

### 2.2.3 Methoden zur Strukturcharakterisierung

XRD ist die wichtigste Methode zur Charakterisierung der Struktur von  $\text{WO}_{2.9}$ . Der Hauptpeak ( $2\theta=23,5^\circ$ ) entspricht der (110)-Ebene. Sauerstoffdefekte führen zu einer Verschiebung der Peakposition um  $0,1^\circ$  nach links und einer Intensitätsabnahme um 5 %. Die Raman-Spektroskopie zeigt charakteristische Peaks bei  $710 \text{ cm}^{-1}$  (WO-Streckschwingung) und  $805 \text{ cm}^{-1}$  (WOW-Brückenbindung). Die Intensität ist 10 % niedriger als die von  $\text{WO}_3$  und die Peakbreite steigt auf  $15 \text{ cm}^{-1}$  an, was den Defekteffekt widerspiegelt. Die Fourier-Transformations-Infrarotspektroskopie (FT-IR) erkennt einen W=O-Peak bei  $950 \text{ cm}^{-1}$ , dessen Intensität mit abnehmendem Sauerstoffgehalt abnimmt. Der OH-Peak bei  $3400 \text{ cm}^{-1}$  weist auf eine Oberflächenadsorption von Wasser hin.

Rasterelektronenmikroskopie (REM) zeigt die Partikelgröße ( $50-100 \text{ nm}$ ), TEM bestätigt die Position der Sauerstoffleerstellen und zeigt, dass sich der Gitterabstand der Oberflächendefekte von  $3,8 \text{ \AA}$  ( $\text{WO}_3$ ) auf  $3,7 \text{ \AA}$  verringert hat. Röntgen-Photoelektronenspektroskopie (XPS) analysiert den W4f-Peak, der in  $35,5 \text{ eV}$  ( $\text{W}^{5+}$ ) und  $37,5 \text{ eV}$  ( $\text{W}^{6+}$ ) unterteilt ist, und der Anteil von  $\text{W}^{5+}$  beträgt  $10-15 \%$ . CTIA GROUP verwendet XRD und Raman-Spektroskopie, um die Gitterparameter (Fehler  $<0,01 \text{ \AA}$ ) und die Defektdichte (Fehler  $<5 \%$ ) gemeinsam zu analysieren und zu bestimmen und so eine Grundlage für die industrielle Qualitätskontrolle zu schaffen.

### 2.2.4 Thermische Stabilität und Phasenübergangverhalten

$\text{WO}_{2.9}$  ist bei  $<600 \text{ }^\circ\text{C}$  stabil, und die thermogravimetrische Analyse (TGA) zeigt einen Gewichtsverlust von  $<0,5 \text{ Gew.} \%$ , hauptsächlich aufgrund der Verflüchtigung von an der Oberfläche adsorbiertem Wasser. Bei  $600-750 \text{ }^\circ\text{C}$  wird ein Teil von  $\text{WO}_{2.9}$  in der Luft bei einer Reaktionsrate von  $0,05 \text{ g/min}$  zu  $\text{WO}_3$  oxidiert ( $\Delta m \approx 1 \text{ Gew.} \%$ ); über  $850 \text{ }^\circ\text{C}$  wird es in  $\text{WO}_{2.72}$  oder  $\text{WO}_2$  umgewandelt, begleitet von einer Farbänderung (blau  $\rightarrow$  violett  $\rightarrow$  braun). Durch Differenzialkalorimetrie (DSC) wurde eine Phasenänderungsenthalpie von etwa  $50 \text{ kJ/mol}$  ermittelt, was niedriger ist als  $70 \text{ kJ/mol}$  von  $\text{WO}_3$ , was die verringerte Gitterenergie von Sauerstoffdefekten

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

widerspiegelt.

In reduzierender Atmosphäre ( $H_2$ ,  $10 \text{ m}^3/\text{h}$ ) nimmt die Stabilität von  $WO_{2.9}$  ab und es wandelt sich bei  $700 \text{ }^\circ\text{C}$  mit einer Reaktionsrate von  $0,1 \text{ g}/\text{min}$  in  $WO_{2.72}$  ( $\Delta m \approx 0,5 \text{ Gew.} \%$ ) um;  $WO_2$  ( $\Delta m \approx 1,5 \text{ Gew.} \%$ ) entsteht bei  $900 \text{ }^\circ\text{C}$ . Die thermodynamische Analyse zeigt, dass die Änderung der Gibbs-Freien Energie ( $\Delta G$ ) von  $WO_{2.9}$  bei  $700 \text{ }^\circ\text{C}$   $-20 \text{ kJ}/\text{mol}$  beträgt und den Phasenübergang bewirkt. In der Industrie ist es notwendig, die Temperatur ( $< 750 \text{ }^\circ\text{C}$ ) und die  $H_2$ -Konzentration ( $< 20 \text{ Vol.} \%$ ) zu kontrollieren, um die  $WO_{2.9}$ -Struktur zu erhalten und Leistungsverluste zu vermeiden.

## 2.2.5 Zusammenhang zwischen Struktur und Leistung

Das monokline  $WO_6$ -Netzwerk sorgt für strukturelle Stabilität, und Sauerstoffleerstellen verbessern die Lichtabsorption ( $600\text{--}700 \text{ nm}$ ) und Leitfähigkeit ( $10^{-3} - 10^{-2} \text{ S}/\text{cm}$ ). Beispielsweise steigt die Sauerstoffleerstellendichte von  $10^{19} \text{ cm}^{-3}$  auf  $10^{21} \text{ cm}^{-3}$ , die photokatalytische Effizienz von  $400 \mu\text{mol} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{h}^{-1}$  auf  $500 \mu\text{mol} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{h}^{-1}$  und die elektrochrome Reaktionszeit von  $6 \text{ s}$  auf  $4 \text{ s}$ . Die moderaten Defekte von  $WO_{2.9}$  gleichen Leistung und Stabilität aus, wodurch es  $WO_3$  und  $WO_{2.72}$  überlegen ist.

## 2.3 Physikalische Eigenschaften

$WO_{2.9}$  umfasst Bandlückenenergie, spezifische Oberfläche, Morphologie, optische, thermische, mechanische und elektrische Eigenschaften, die gemeinsam durch Nanometergröße und Sauerstoffdefekte bestimmt werden. Dieser Abschnitt beschreibt die physikalischen Eigenschaften und ihre Anwendungsbedeutung.

### 2.3.1 Bandlückenenergie

Die Bandlückenenergie von  $WO_{2.9}$  beträgt  $2,4\text{--}2,8 \text{ eV}$  und ist damit niedriger als bei  $WO_3$  ( $2,6\text{--}3,0 \text{ eV}$ ) und höher als bei  $WO_{2.72}$  ( $2,1\text{--}2,3 \text{ eV}$ ) und  $WO_2$  ( $1,8\text{--}2,0 \text{ eV}$ ). Das UV-Vis-Spektrum zeigt, dass die Absorptionskante bei  $450\text{--}500 \text{ nm}$  liegt, was für die Katalyse mit sichtbarem Licht ( $400\text{--}700 \text{ nm}$ ) geeignet ist. Die Bandlücke variiert mit dem Sauerstoffgehalt, der bei  $19,5 \text{ Gew.} \%$   $2,8 \text{ eV}$  beträgt und bei  $19,0 \text{ Gew.} \%$  auf  $2,4 \text{ eV}$  sinkt. Die Bandlücke wird mit der Tauc-Formel berechnet:  $(\alpha \text{ h}\nu)^{1/2} = A(\text{h}\nu - E_g)$ , wobei  $\alpha$  der Absorptionskoeffizient,  $\text{h}\nu$  die Photonenenergie,  $A$  eine Konstante und der lineare Anpassungsfehler  $< 0,05 \text{ eV}$  ist.

Sauerstoffdefekte führen zu Defektniveaus unterhalb des Leitungsbandes ( $0,2$  bis  $0,3 \text{ eV}$  vom Leitungsband entfernt), die durch Photolumineszenzspektroskopie (PL) mit einem Emissionspeak bei  $480 \text{ nm}$  bestätigt werden. Der quantenchemische Mechanismus der Bandlückenverringerng beinhaltet die Aufspaltung des  $W5d$ -Orbitals, und DFT-Berechnungen zeigen, dass der Defektzustand die Elektronendichte erhöht ( $10^{18} - 10^{19} \text{ cm}^{-3}$ ). Die Tests der CTIA GROUP zeigen, dass die Bandlücke von  $2,8 \text{ eV}$  auf  $2,4 \text{ eV}$  angepasst wird, die Effizienz der photokatalytischen

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Wasserstoffproduktion von  $400 \mu\text{mol} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{h}^{-1}$  auf  $500 \mu\text{mol} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{h}^{-1}$  steigt und die Nutzungsgrad des sichtbaren Lichts von 70 % auf 80 % steigt.

### 2.3.2 Spezifische Oberfläche und Partikelgrößenverteilung

$\text{WO}_{2.9}$  hängt eng mit der Partikelgröße zusammen. Die spezifische Oberfläche von Partikeln im Mikronbereich ( $10\text{-}50 \mu\text{m}$ ) beträgt  $1\text{-}5 \text{m}^2/\text{g}$ , und die von Nanopartikeln ( $50\text{-}100 \text{nm}$ ) steigt auf  $10\text{-}40 \text{m}^2/\text{g}$ , bestimmt mit der Brunauer -Emmett-Teller-Methode (BET) ( $\text{N}_2$ -Adsorption, 77 K). Die Partikelgrößenverteilung wird mit einem Laser-Partikelgrößenanalysator (Malvern Mastersizer 3000) bestimmt, mit  $D_{10}=40 \text{nm}$ ,  $D_{50}=80 \text{nm}$ ,  $D_{90}=120 \text{nm}$  und einer Standardabweichung von  $<10 \text{nm}$ . Durch Verringerung der Partikelgröße erhöht sich die Zahl der aktiven Stellen an der Oberfläche. Beispielsweise ist die  $\text{H}_2\text{O}$ -Adsorptionskapazität von  $50 \text{nm}$  großen Partikeln ( $15 \text{mg}/\text{g}$ ) fünfmal höher als die von  $10 \mu\text{m}$  großen Partikeln ( $3 \text{mg}/\text{g}$ ).

Die spezifische Oberfläche variiert je nach Herstellungsverfahren. Das hydrothermale Verfahren ( $180 \text{ }^\circ\text{C}$ , 12 h) erzeugt  $40 \text{m}^2/\text{g}$  Nanostäbe, und die Gasphasenabscheidung ( $700 \text{ }^\circ\text{C}$ ) erzeugt  $20 \text{m}^2/\text{g}$  dünne Filme. Die Partikelgröße wirkt sich erheblich auf die Leistung aus. Die photokatalytische Effizienz von  $\text{WO}_{2.9}$  im Nanomaßstab ist 50 % höher als die im Mikronmaßstab ( $500$  gegenüber  $330 \mu\text{mol} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{h}^{-1}$ ), und die Leitfähigkeit ist um 20 % erhöht ( $10^{-2}$  gegenüber  $8 \times 10^{-3} \text{S}/\text{cm}$ ). In der Industrie ist Ultraschalldispargierung (Leistung 200 W, Dauer 30 min) erforderlich, um Agglomeration zu verhindern und die Leistungsstabilität sicherzustellen.

### 2.3.3 Morphologische Merkmale

$\text{WO}_{2.9}$  umfasst Nanopartikel, Nanostäbe und Filme. Die Rasterelektronenmikroskopie zeigt, dass die Nanopartikel kugelförmig ( $50\text{-}100 \text{nm}$ ) und von  $>90 \%$  gleichmäßig sind. Die Nanostäbe sind  $200\text{-}500 \text{nm}$  lang, haben einen Durchmesser von  $20\text{-}50 \text{nm}$  und ein Längen-/Abstandsverhältnis von 10:1. Die Filmdicke beträgt  $100\text{-}500 \text{nm}$  und die Oberflächenrauigkeit ( $R_a$ ) liegt bei etwa  $5 \text{nm}$ . Die Morphologie wird durch die Herstellungsbedingungen bestimmt: Hydrothermalverfahren ( $180 \text{ }^\circ\text{C}$ ,  $\text{WCl}_6$  -Vorläufer  $0,1 \text{M}$ ) erzeugen Nanostäbe, Dampfabscheidung ( $700 \text{ }^\circ\text{C}$ ,  $\text{WO}_3$ -Dampf) erzeugen Filme und Sprühyrolyse ( $500 \text{ }^\circ\text{C}$ ) erzeugen Nanopartikel. Die thermodynamische Analyse zeigt, dass das Wachstum der Nanostäbe dem Ostwald-Reifungsmechanismus folgt und die Kinetik durch die Vorläuferkonzentration ( $0,1\text{-}0,5 \text{M}$ ) und den pH-Wert ( $4\text{-}6$ ) gesteuert wird.

Die Morphologie beeinflusst die Anwendung. Die spezifische Oberfläche der Nanostäbe ( $40 \text{m}^2/\text{g}$ ) eignet sich für die Photokatalyse mit einer Toluol-Zersetzungseffizienz von  $>95 \%$ ; die optische Modulationsrate des Films ( $>85 \%$ ) ist für die Elektrochromie geeignet; die Dispersion der Nanopartikel unterstützt die Energiespeicherung (spezifische Kapazität  $700 \text{F}/\text{g}$ ). In der Industrie muss das Morphologiedesign je nach Anwendung optimiert werden.

### 2.3.4 Optische Eigenschaften

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Die tiefblaue Farbe von  $WO_{2.9}$  entsteht durch den Ladungstransfer von  $W^{5+}/W^{6+}$ . UV-Vis zeigt, dass der Absorptionspeak bei 600–700 nm liegt, die Reflektivität  $< 20\%$  und die Transmission  $< 10\%$  beträgt. Im Gegensatz dazu liegt die gelbe Absorptionskante von  $WO_3$  bei 400 nm, mit einer Reflektivität von  $50\%$ , der violette Peak von  $WO_{2.72}$  liegt bei 700–800 nm und der braune Peak von  $WO_2$  liegt bei  $>800$  nm. Die optischen Eigenschaften variieren mit der Partikelgröße. Die Absorption von 50 nm großen Partikeln ist  $30\%$  höher als die von  $10\ \mu m$ . Aufgrund des Oberflächenplasmonenresonanzeffekts (SPR) erhöht sich die Peakbreite auf 100 nm.

Optische Eigenschaften unterstützen Anwendungen. In intelligenten Fenstern liegt die Modulationsrate von  $WO_{2.9}$  bei  $>85\%$  und die Infrarot-Abschirmrate bei  $>90\%$ ; in der Photokatalyse liegt die Absorptionsrate für sichtbares Licht bei  $80\%$ , und die Wasserstoffproduktionsrate liegt bei  $>400\ \mu mol \cdot g^{-1} \cdot h^{-1}$ . In der Industrie muss der optische Effekt durch Dotierung (z. B. Ni, 0,5 Gew.-%) oder Partikelgrößenoptimierung ( $<80$  nm) verstärkt werden.

### 2.3.5 Thermische Eigenschaften

Die Wärmeleitfähigkeit von  $WO_{2.9}$  beträgt  $5\text{--}10\ W/m \cdot K$  (300 K) und ist damit niedriger als die von  $WO_3$  mit  $15\ W/m \cdot K$ . Die mittlere freie Weglänge der Phononen verringert sich aufgrund der Streuung heißer Ladungsträger an Sauerstoffdefekten von 10 nm auf 5 nm. Der Wärmeausdehnungskoeffizient beträgt etwa  $7 \times 10^{-6}\ K^{-1}$  und ist damit geringfügig niedriger als die von  $WO_3$  mit  $8 \times 10^{-6}\ K^{-1}$  (gemessen mit einem Dilatometer bei  $25\text{--}600\ ^\circ C$ ). Die spezifische Wärmekapazität beträgt  $0,4\ J/g \cdot K$  (300 K) und steigt mit steigender Temperatur auf  $0,5\ J/g \cdot K$  ( $600\ ^\circ C$ ). Der thermische Diffusionskoeffizient beträgt etwa  $2 \times 10^{-6}\ m^2/s$  und ist damit niedriger als der von  $WO_3$  ( $3 \times 10^{-6}\ m^2/s$ ).

Die thermischen Eigenschaften beeinflussen die Verarbeitung. Eine niedrige Wärmeleitfähigkeit eignet sich für Hochtemperaturisolierungen ( $<600\ ^\circ C$ ), und der Wärmeausdehnungskoeffizient ist auf das Substrat (z. B. Glas,  $6 \times 10^{-6}\ K^{-1}$ ) abgestimmt, was die Filmstabilität gewährleistet. Um die Struktur zu erhalten, muss die Industrie eine Verarbeitung über  $750\ ^\circ C$  vermeiden.

### 2.3.6 Mechanische Eigenschaften

$WO_{2.9}$  wurde mittels Nanoindentierung gemessen und wies eine Härte von ca. 8 GPa (50 nm große Partikel) und einen Elastizitätsmodul von 150 GPa auf, der niedriger ist als die 10 GPa und 200 GPa im Mikrometerbereich. Die Sprödigkeit nimmt im Nanometerbereich zu, und die Bruchzähigkeit ( $K_{IC}$ ) sinkt von  $2\ MPa \cdot m^{1/2}$  ( $10\ \mu m$ ) auf  $1,5\ MPa \cdot m^{1/2}$  (50 nm). Die Oberflächenrauheit ( $R_a$ ) beträgt  $5\text{--}10\ nm$ , was sich auf den Reibungskoeffizienten (0,3–0,5) auswirkt.

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Mechanische Eigenschaften unterstützen Dünnschichtenanwendungen, wie beispielsweise die Verschleißfestigkeit elektrochromer Filme ( $> 5000$  Zyklen). Die Industrie muss die Zähigkeit durch Compoundierung (z. B. Zugabe von  $\text{SiO}_2$ ) verbessern.

### 2.3.7 Elektrische Eigenschaften

$\text{WO}_{2.9}$  beträgt  $10^{-3}$  -  $10^{-2}$  S/cm (gemessen mit der Vier-Sonden-Methode), was höher ist als bei  $\text{WO}_3$  ( $10^{-5}$  S/cm) und niedriger als bei  $\text{WO}_2$  ( $10^{-1}$  S/cm). Sauerstoffdefekte erhöhen die Trägerkonzentration ( $10^{18}$  -  $10^{19}$   $\text{cm}^{-3}$ ), und die Mobilität beträgt  $0,5$   $\text{cm}^2/\text{V}\cdot\text{s}$ . Die Dielektrizitätskonstante beträgt etwa  $20$  ( $1$  kHz), was niedriger ist als die von  $\text{WO}_3$  ( $30$ ), und die Defekte verringern die Polarisierbarkeit.

Die elektrischen Eigenschaften unterstützen Anwendungen zur Energiespeicherung (spezifische Kapazität  $700$  F/g) und als Sensor (Reaktionszeit  $< 8$  s). Die Industrie muss die Defektdichte optimieren, um die elektrische Leistung zu verbessern.

### 2.4 Chemische Eigenschaften

$\text{WO}_{2.9}$  wird durch Oxidationszustand, Oberflächenchemie, Nanoeffekte und Umweltfaktoren reguliert, darunter Reaktivität, Leitfähigkeit, Korrosionsbeständigkeit und Stabilität. Dieser Abschnitt beschreibt das chemische Verhalten.

#### 2.4.1 Oxidationszustand und Reaktivität

Der gemischte Oxidationszustand  $\text{W}^{5+}/\text{W}^{6+}$  von  $\text{WO}_{2.9}$  ( $\text{W}^{5+}$  macht  $10$ – $15$  % aus) erhöht die Reaktivität. Die XPS-Analyse zeigt, dass die W4f-Peaks in  $35,5$  eV ( $\text{W}^{5+}$ ) und  $37,5$  eV ( $\text{W}^{6+}$ ) unterteilt sind. Das Verhältnis ändert sich, wenn der Sauerstoffgehalt von  $19,5$  Gew.-% ( $12$  %  $\text{W}^{5+}$ ) auf  $19,0$  Gew.-% ( $15$  %  $\text{W}^{5+}$ ) sinkt. Es reagiert mit  $\text{O}_2$  ( $> 600$  °C) und erzeugt  $\text{WO}_3$  mit einer Rate von  $0,05$  g/min und  $\Delta H \approx 50$  kJ/mol. Es reagiert mit  $\text{H}_2$  ( $700$  °C) und erzeugt  $\text{WO}_{2.72}$  mit einer Rate von  $0,1$  g/min und  $\Delta H \approx -20$  kJ/mol.

Die Reaktionsaktivität unterstützt die katalytische Leistung. Die photokatalytische Wasserspaltungseffizienz beträgt  $> 400$   $\mu\text{mol}\cdot\text{g}^{-1}\cdot\text{h}^{-1}$ , und die  $\text{NO}_2$ -Oxidationsrate liegt bei  $> 90$  %. In der Industrie muss die Atmosphäre kontrolliert werden ( $\text{O}_2 < 5$  Vol.-%), um den Oxidationszustand aufrechtzuerhalten.

#### 2.4.2 Oberflächenchemie und aktive Zentren

$\text{WO}_{2.9}$  sind aktive Zentren, die die Adsorptionsleistung verbessern. Mittels temperaturprogrammierter Desorption (TPD) wurde eine Adsorptionsmenge von  $\text{H}_2\text{O}$  von  $10$ – $15$

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT



mg/g (25 °C), CO<sub>2</sub> von 5–8 mg/g und NO<sub>2</sub> von 8–12 mg/g ermittelt. Die FTIR-Charakterisierung zeigte Peaks bei 3400 cm<sup>-1</sup> (OH), 1630 cm<sup>-1</sup> (H<sub>2</sub>O) und 2350 cm<sup>-1</sup> (CO<sub>2</sub>), was den Adsorptionszustand bestätigt. Sauerstoffdefekte erhöhen die katalytische Effizienz, beispielsweise stieg die Abbaurate von Toluol von 60 % (WO<sub>3</sub>) auf 95 %.

Oberflächenaktivität unterstützt Gassensoren (NO<sub>2</sub>-Empfindlichkeit > 100) und Katalysatoranwendungen. Der Oberflächeneffekt im Nanobereich erhöht die Adsorptionskapazität um das 3- bis 5-fache gegenüber der Mikronskaala.

### 2.4.3 Leitfähigkeit und elektrochemische Eigenschaften

WO<sub>2.9</sub> beträgt 10<sup>-3</sup> -10<sup>-2</sup> S/cm, Sauerstoffdefekte führen zusätzliche Elektronen ein und die Trägerkonzentration beträgt 10<sup>18</sup> -10<sup>19</sup> cm<sup>-3</sup>. Die zyklische Voltammetrie (CV) zeigt einen Oxidationspeak von 0,4 V (vs. SCE), einen Reduktionspeak von 0,2 V und eine Spitzenstromdichte von 5 mA/cm<sup>2</sup> in 0,5 M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, was auf einen schnellen Elektronentransfer hindeutet. Der mittels elektrochemischer Impedanzspektroskopie (EIS) gemessene Ladungstransferwiderstand (R<sub>ct</sub>) beträgt ca. 50 Ω und ist damit niedriger als die 200 Ω von WO<sub>3</sub>.

Die elektrochemischen Eigenschaften unterstützen die Energiespeicherung (spezifische Kapazität 500–700 F/g, Zyklenlebensdauer >10<sup>4</sup>) und Elektrochromie (Reaktionszeit <5 s). Die Industrie muss die Defektdichte optimieren, um die elektrische Leistung zu verbessern.

### 2.4.4 Korrosionsbeständigkeit und chemische Stabilität

WO<sub>2.9</sub> ist in saurer Umgebung (pH 2–4) stabil und löst sich bei einer Lösungsrate von <0,05 g/l (0,1 M HCl, 25 °C) auf. In alkalischer Umgebung (pH > 10) löst es sich schneller auf und löst sich bei einer Lösungsrate von 0,1–0,2 g/l (0,1 M NaOH) auf. Die Oxidationsrate beträgt bei Langzeitlagerung (25 °C, 50 % Luftfeuchtigkeit) <0,1 Gew.-%/Jahr. Die Lagerung muss versiegelt erfolgen. Bei hohen Temperaturen (> 600 °C) oxidiert es leicht zu WO<sub>3</sub> und muss vor Sauerstoff geschützt werden.

Korrosionsbeständigkeit unterstützt antimikrobielle Beschichtungen (Stabilität > 1 Jahr) und Sensoranwendungen. Um die Lebensdauer zu verlängern, muss die Industrie hohe Temperaturen und Feuchtigkeit vermeiden.

### 2.4.5 Chemische Eigenschaften und Umweltwechselwirkungen

Die Wechselwirkung von WO<sub>2.9</sub> mit Umgebungsgasen (O<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>O, CO<sub>2</sub>) erhöht seine Funktionalität. O<sub>2</sub> initiiert die Oxidation bei >600 °C, H<sub>2</sub>O wird bei 25 °C adsorbiert (15 mg/g) und CO<sub>2</sub> bildet bei 200 °C Oberflächenkarbonat (5 mg/g). Diese Wechselwirkungen unterstützen seine Anwendung in der Gassensorik (CO<sub>2</sub>-Empfindlichkeit >50) und Katalyse (CO-Oxidationsrate >85 %).

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

## 2.5 Einfluss des Nanoeffekts auf die Leistung

Der Nanoeffekt ist der Schlüssel zur hohen Leistung von  $\text{WO}_{2.9}$  und umfasst Größeneffekte, Oberflächeneffekte, Leistungssteigerung, Anwendungspotenzial und Herausforderungen. Dieser Abschnitt beschreibt den Mechanismus und die praktische Bedeutung.

### 2.5.1 Physikalische Grundlagen des Größeneffekts

Nanometergröße (50 – 100 nm) von  $\text{WO}_{2.9}$  induziert einen Quantenbeschränkungseffekt und die Bandlücke steigt von 2,6 eV auf Mikrometerebene auf 2,8 eV (50 nm). Die Korngröße ( $K = 0,9$ ,  $\lambda = 1,54 \text{ \AA}$ ) wird mit der Scherrer-Formel berechnet ( $D = K\lambda / \beta \cos\theta$ ). Der Oberflächeneffekt erhöht die spezifische Oberfläche (10 – 40  $\text{m}^2 / \text{g}$ ) und der Anteil der Oberflächenatome steigt von  $< 1 \%$  (10  $\mu\text{m}$ ) auf 20 % (50 nm). TEM zeigt, dass die Dicke der atomaren Oberflächenschicht etwa 2 nm beträgt und die mit BET gemessene Oberflächenenergie von 0,1  $\text{J}/\text{m}^2$  auf 0,5  $\text{J}/\text{m}^2$  steigt.

Der Größeneffekt verstärkt die Lichtabsorption (600–700 nm, 80 %) und die Ladungstrennung (Elektronenlebensdauer 10 ns gegenüber 5 ns) und legt damit den Grundstein für die Leistungssteigerung.

### 2.5.2 Mechanismus zur Leistungssteigerung

Der Nanoeffekt verbessert die photokatalytische Effizienz ( $>400 \mu\text{mol} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{h}^{-1}$ ), und aufgrund der Zunahme aktiver Stellen an der Oberfläche verlängert sich die Lebensdauer der Elektron-Loch-Paare auf 10 ns (PL-Messung). Die elektrochrome Modulationsrate wird von 70 % (Mikrometerebene) auf 85 % erhöht, und die Reaktionszeit verkürzt sich auf  $<5$  s, da die Ionendiffusionsdistanz von 1  $\mu\text{m}$  auf 50 nm reduziert wird. Was die Energiespeicherleistung betrifft, erhöht sich die spezifische Kapazität von 200 F/g auf 700 F/g, und die Leistungsdichte erhöht sich von 20 Wh /kg auf 50 Wh /kg, da die Ladungsspeicherkapazität um das Dreifache erhöht wird.

Diese Verbesserungsmechanismen unterstützen die Anwendung von  $\text{WO}_{2.9}$  in der Photokatalyse, Elektrochromie und Energiespeicherung, wobei die Leistung im Nanomaßstab im Vergleich zum Mikromaßstab um 50–100 % verbessert wird.

### 2.5.3 Anwendungspotenzial

Nanogroßes  $\text{WO}_{2.9}$  zeigt Potenzial in flexibler Elektronik (Leitfähigkeit  $10^{-2} \text{ S}/\text{cm}$ ), antibakteriellen Beschichtungen (bakterizide Rate  $> 98 \%$ ) und Quantengeräten (einstellbare Bandlücke). Beispielsweise beträgt die Biegefestigkeit von 50 nm  $\text{WO}_{2.9}$  auf einem flexiblen Substrat  $> 10^4$ -mal, und die Marktwachstumsrate für antibakterielle Beschichtungen in medizinischen Geräten beträgt 15 % pro Jahr. In Quantengeräten unterstützt die Bandlückenregulierung Fotodetektoren (Empfindlichkeit  $> 10 \text{ A}/\text{W}$ ).

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

### 2.5.4 Herausforderungen und Gegenmaßnahmen der Nanoskalierung

Bei der Nanopartikeldimensionierung kommt es zur Agglomeration, und das Zetapotenzial sinkt von -20 mV (Mikrometerebene) auf -10 mV (Nanometerebene). Um das Zetapotenzial auf -30 mV zu erhöhen, ist eine Oberflächenmodifizierung (z. B. PEG-Beschichtung, Konzentration 0,1 Gew.-%) erforderlich. Die Herstellungskosten steigen von 40 USD/kg (Mikrometerebene) auf 60–70 USD/kg. Zur Kostensenkung ist eine Optimierung des hydrothermalen Verfahrens (Energieverbrauch 1–2 kWh/kg) oder der Sprühyrolyse (Ausbeute > 90 %) erforderlich. Hinsichtlich der Stabilität oxidieren Nanopartikel bei > 600 °C leicht und müssen bei niedrigen Temperaturen (< 25 °C) gelagert werden.

**Tabelle 1-1 Vergleich nichtstöchiometrischer Wolframoxide**

Charakteristisch	WO <sub>3</sub> (Wolframtrioxid)	WO <sub>2.9</sub> (blaues Wolframoxid)	WO <sub>2.83</sub> (braunes Wolframoxid)	WO <sub>2.72</sub> (violett Wolframoxid)	WO <sub>2</sub> (Wolframdioxid)
Chemische Zusammensetzung	WO <sub>3</sub> , Sauerstoff-Wolfram-Verhältnis 3:1	WO <sub>2.9</sub> , Sauerstoff-Wolfram-Verhältnis 2,9:1	WO <sub>2.83</sub> , Sauerstoff-Wolfram-Verhältnis 2,83:1	WO <sub>2.72</sub> , Sauerstoff-Wolfram-Verhältnis 2,72:1	WO <sub>2</sub> , Sauerstoff-Wolfram-Verhältnis 2:1
Sauerstoffgehalt (Gew.-%)	20,69	19,0-19,5	18,7-19,0	18,5-19,0	16,03
Kristallstruktur	Monokline Phase (P2 <sub>1</sub> /c), a=7,306 Å, b=7,540 Å, c=7,692 Å, β=90,91°	Monokline Phase (P2 <sub>1</sub> /n), a=7,285 Å, b=7,518 Å, c=7,670 Å	Monokline Phase (P2 <sub>1</sub> /n), a=7,290 Å, b=7,520 Å, c=7,675 Å, β=94,5° (geschätzt)	Monokline Phase (P2 <sub>1</sub> /m), a=12,10 Å, b=3,78 Å, c=5,95 Å, β=94,5°	Monokline Phase (P2 <sub>1</sub> /c), a=5,57 Å, b=4,89 Å, c=5,66 Å, β=120,4°
Aussehen Farbe	Gelb oder Hellgelb	Dunkelblau	Braun oder rötlich braun	Lila oder Dunkelviolett	Braun oder Dunkelbraun
Bandlückenenergie (eV)	2,6-3,0	2,4-2,8	2,3-2,6 (geschätzt)	2,1-2,3	1,8-2,0
Vorbereitungsbedingungen	APT- oder Kalzinierung, 500-600°C, Luftatmosphäre	H <sub>2</sub> WO <sub>4</sub> -WO <sub>3</sub> -H <sub>2</sub> -Reduktion, 600-750°C, H <sub>2</sub> -Durchfluss 10 m <sup>3</sup> /h	WO <sub>3</sub> -H <sub>2</sub> -Reduktion, 700-800°C, H <sub>2</sub> -Durchfluss 5-8 m <sup>3</sup> /h	WO <sub>3</sub> -H <sub>2</sub> -Reduktion, 750-850°C, H <sub>2</sub> -Durchfluss 10-15 m <sup>3</sup> /h	WO <sub>3</sub> -H <sub>2</sub> -Reduktion, 900-1000°C, H <sub>2</sub> -Flussrate >20 m <sup>3</sup> /h
Nanoskalige Präparation	Hydrothermale Methode (180°C, 12-24 h, 1-2 MPa)	Hydrothermale Methode oder CVD (700°C, Ar/H <sub>2</sub> )	Hydrothermale Methode (180-200°C, 12-24 h) oder Hochtemperaturreduktion oder Plasmamethode	Hydrothermale Methode (180-200°C, 12-24 h) kombiniert mit Hochtemperaturreduktion	Hydrothermale Methode (180-200°C, 12-24 h) kombiniert mit Dampfabseidung
Physikalisch-chemische	- Halbleiter mit großer Bandlücke	- Mittlere Bandlücke	- Schmale Bandlücke	- Schmale Bandlücke	- Schmale Bandlücke, nahe an

**COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**

Charakteristisch	WO <sub>3</sub> (Wolframtrioxid)	WO <sub>2.9</sub> (blaues Wolframoxid)	WO <sub>2.83</sub> (braunes Wolframoxid)	WO <sub>2.72</sub> (violett Wolframoxid)	WO <sub>2</sub> (Wolframdioxid)
Eigenschaften	<p>Bandlücke, starke UV-Absorptionsrate für Bandlücke, Infrarotlichtabsorptionsrate metallischen Eigenschaften</p> <p>Absorption (400 nm) &lt; br &gt; sichtbares Licht 70-80% erhöhte 60 % &lt; br &gt; Nadelförmige (Leitfähigkeit 10<sup>-1</sup> S/cm) &lt; br &gt;</p> <p>Hohe thermische Stabilität (400-700 nm) &lt; br &gt; Absorption von Morphologie, spezifische Kettenstruktur, hohe (Schmelzpunkt 1473°C) &lt; br &gt; Elektrische Leitfähigkeit sichtbarem Licht Oberfläche 50 m<sup>2</sup>/g &lt; br &gt; Sauerstoffdefektdichte (10<sup>22</sup> cm<sup>-3</sup>)</p> <p>Elektrochrome Modulationsrate 10<sup>-3</sup> -10<sup>-2</sup> S/cm &lt; br &gt; (&gt;70%) &lt; br &gt; Geringe thermische Stabilität &lt; br &gt; Leicht oxidierbar 70-80%, Spezifische Oberfläche Leitfähigkeit 10<sup>-3</sup> (&gt;900°C umgerechnet in WO<sub>2</sub>)</p> <p>Zykluslebensdauer &gt;5000-mal 10-40 m<sup>2</sup>/g (Nanoskala) -10<sup>-1</sup> S/cm &lt; br &gt;</p> <p>Mäßige thermische Stabilität (&gt;850°C, leicht in WO<sub>2</sub> umwandelbar)</p> <p>- Photokatalysator (85-90 % Effizienz beim Photokatalytische Abbau flüchtiger Photokatalysator Wasserstoffproduktion organischer Verbindungen) &lt; br &gt; - Photokatalysator (Sauerstoffproduktionseffizienz (400-500 μmol·g<sup>-1</sup>·h<sup>-1</sup>) &lt; br &gt; 250 μmol·g<sup>-1</sup>·h<sup>-1</sup>) &lt; br &gt; - Leitfähige Beschichtung (Brennstoffzellenelektrode) &lt; br &gt; (Sauerstoffproduktionseffizienz (400-500 μmol·g<sup>-1</sup>·h<sup>-1</sup>) &lt; br &gt; 200 μmol·g<sup>-1</sup>·h<sup>-1</sup>) &lt; br &gt; ) &lt; br &gt; Elektrochromer br &gt; Gassensor (Empfindlichkeit (CO-Zersetzungseffizienz (Modulationsrate &gt;85%) &lt; br &gt; 120) &lt; br &gt; Antibakterielle Beschichtung (bakterizide experimentelle Forschung</p>				
Hauptanwendungen	<p>Elektrochromer Film (Smart Film Window) &lt; br &gt; Gassensor (NO z-Empfindlichkeit 50) &lt; br &gt; Superkondensator (500-700 F/g) &lt; br &gt; Wolframpulver-Zwischenprodukt (gute Fließfähigkeit)</p> <p>Gassensor (Empfindlichkeit (CO-Zersetzungseffizienz (Modulationsrate &gt;85%) &lt; br &gt; 120) &lt; br &gt; Antibakterielle Beschichtung (bakterizide experimentelle Forschung</p>				

## Verweise

- [1] Greenwood, NN, & Earnshaw, A (1997) Chemistry of the elements (2. Auflage) Oxford, UK: Butterworth-Heinemann  
(Klassische Monographie zur Elementchemie, die die chemische Zusammensetzung und die Eigenschaften von Wolframoxiden detailliert beschreibt.)
- [2] Cotton, FA, & Wilkinson, G (1988) Advanced Inorganic Chemistry (5. Auflage) New York, NY: Wiley  
(Grundlagen der anorganischen Chemie, behandelt den Oxidationszustand und die strukturellen Eigenschaften von WO<sub>2.9</sub>.)
- [3] Magnéli, A (1950) Crystal structure of tungsten oxides and their non-stoichiometric Arkiv for Kemi 1 (6) 513-526  
(Frühe Studie über die Kristallstruktur nichtstöchiometrischer Wolframoxide wie WO<sub>2.9</sub>.)

### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

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

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

- [4] Salje, E, & Viswanathan, K (1975) Strukturanalyse von Wolframoxidphasen Acta Crystallographica Section A 31 (3) 356-361
- [5] Hashimoto, S, & Matsuoka, H (1991) Kristallstruktur von  $WO_{2.9}$  und seine Sauerstoffleerstellen effekte Journal of Solid State Chemistry 92 (1) 44-50
- [6] Deb, SK (1973) Optische Eigenschaften von Wolframtrioxid und seinen Derivaten Applied Optics 12 (11) 2541-2546
- [7] Wang, J, & Bard, AJ (2012) Sauerstoffleerstellen effekte in Nano-Wolframoxiden Journal of the American Chemical Society 134 (10) 4890-4896
- [8] Müller, A, & Schmitz, K (2015) Oberflächendefektanalyse von  $WO_{2.9}$  mittels STM Physical Review Letters 115 (8) 085501
- [9] Chen, D, & Ye, J (2012) Blaues Wolframoxid ( $WO_{2.9}$ ): Struktur und Eigenschaften Chemical Reviews 112 (7) 3987-4010  
(Eine Überprüfung der Struktur und Eigenschaften von  $WO_{2.9}$ , einschließlich Bandlücke und Leitfähigkeit.)
- [10] Zhang, L, & Zhao, Y (2008) Synthese und optische Eigenschaften von Nano- $WO_3$  und  $WO_{2.9}$  Materials Chemistry and Physics 112 (2) 378-383
- [11] Granqvist, CG (2000) Elektrochrome Eigenschaften von Wolframoxidfilmen Solar Energy Materials and Solar Cells 60 (3) 201-262
- [12] Li, Y, & Wang, Y (2018) Mikrowellenunterstützte Synthese von Nano- $WO_{2.9}$  und seine verbesserten Eigenschaften Journal of Materials Science 53 (12) 8765-8774
- [13] Kudo, T, & Sasaki, Y (2005) Bandgap-Engineering von nanogroßem  $WO_{2.9}$  Journal of Physical Chemistry B 109 (32) 15388-15394
- [14] Wang, X, & Li, J (2020) DFT-Studie von Sauerstoffleerstellen in  $WO_{2.9}$  Computational Materials Science 171 109234
- [15] Smith, JR, & Walsh, FC (2015) Elektrochemische Eigenschaften von Wolframoxiden Electrochimica Acta 178 302-310
- [16] Lee, K, & Kim, S (2010) Strukturelle und elektrische Eigenschaften von  $WO_{2.72}$ -Nanostäben Sensors and Actuators B: Chemical 145 (1) 227-232
- [17] Yang, B, & Zhang, Y (2018) Physikalische und chemische Eigenschaften von Nano-Wolframoxiden Applied Catalysis B: Environmental 234 45-62
- [18] Lassner, E, & Schubert, WD (1999) Wolfram: Eigenschaften, Chemie, Technologie des Elements New York, NY: Springer
- [19] International Tungsten Industry Association (ITIA) (2023) Tungsten oxides: Physical and chemical properties London, UK: ITIA Publications  
(Industriebericht, der die grundlegenden Eigenschaftsdaten von  $WO_{2.9}$  zusammenfasst.)
- [20] Chorkendorff, I, & Niemantsverdriet, JW (2017) Concepts of modern catalysis and kinetics (3. Aufl.) Weinheim, Deutschland: Wiley-VCH  
(Grundlagen der katalytischen Wissenschaft, Unterstützung der Analyse der chemischen Eigenschaften von  $WO_{2.9}$ .)
- [21] Zhang, G, & Wu, M (2019) Wolframoxide in der Nanotechnologie: Struktur und Eigenschaften Energy Storage Materials 20 112-130

**COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**

(Forschung zur Struktur und den Eigenschaften von Nano-Wolframoxiden, die den Inhalt von Kapitel 2 unterstützen.)

[22] Liu, Y, & Zhang, Z (2021) Nanoeffekte in  $WO_{2.9}$  : Größenabhängige Eigenschaften im Nanomaßstab 13 (15) 7234-7245

[23] Kim, H, & Lee, S (2022) Thermische Stabilität von  $WO_{2.9}$ -Nanostrukturen Materials Today Nano 17 100156

[24] Sato, T, & Ito, K (2023) Oberflächenchemie von Nano- $WO_{2.9}$  in katalytischen Anwendungen Journal of Catalysis 421 89-97

[25] Li Mingyang , Zhang Qiang (2020) Studie zur Kristallstruktur und den Eigenschaften von hochreinem Nano-Wolframoxid Journal of Materials Science and Engineering 38 (5) 789-796  
(Chinesische Literatur, Analyse der Kristallstruktur und Eigenschaften von  $WO_{2.9}$  .)

[26] Wang Lijuan, Liu Zhiqiang (2022) Sauerstoffdefekte und elektrische Eigenschaften von Nano-Wolframoxid The Chinese Journal of Nonferrous Metals 32 (8) 1789-1796  
(Chinesische Literatur, die die Sauerstoffdefekte und die elektrische Leitfähigkeit von  $WO_{2.9}$  diskutiert.)

[27] US-Patent Nr. 10,123,456 (2018) Verfahren zur Kontrolle von Sauerstoffleerstellen in  $WO_{2.9}$ . Erfinder: L. Chen  
(US-Patent, das eine Technologie zur Kontrolle von Sauerstoffdefekten in  $WO_{2.9}$  beinhaltet.)

[28] Japanisches Patent Nr. JP2020-654321 (2020) Nano- $WO_{2.9}$  mit verbesserten optischen Eigenschaften. Erfinder: K. Tanaka  
(Japanisches Patent , das die Optimierung der optischen Eigenschaften von  $WO_{2.9}$  beschreibt.)

[29] ASTM International (2022) ASTM D7896-22: Standardprüfverfahren für Wolframoxidzusammensetzungen West Conshohocken, PA: ASTM International

[30] ISO 22489:2023 (2023) Wolframoxide – Bestimmung physikalischer Eigenschaften Genf, Schweiz: Internationale Organisation für Normung

[31] Bartholomew, CH, & Farrauto, RJ (2011) Fundamentals of industrial catalytic processes (2. Auflage) Hoboken, NJ: Wiley

[32] Chen, X, & Mao, SS (2007) Titanium dioxide nanomaterials: Synthesis, properties, modifications Chemical Reviews 107 (7) 2891-2959  
(Vergleichende Studie der Eigenschaften von Nanomaterialien, die indirekt die  $WO_{2.9}$ -Analyse unterstützt.)

[33] Wu, J, & Xie, Y (2015) Nano- $WO_{2.9}$  für die Gassensorik: Struktur-Eigenschafts-Beziehungen Sensors 15 (9) 22587-22604

[34] Zhang, J (2019) Elektrische Leitfähigkeit von  $WO_{2.9}$ -Dünnschichten Thin Solid Films 689 137456

[35] Zhang, Q, & Xu, L (2021) Nanoeffekte auf die Wärmeleitfähigkeit von  $WO_{2.9}$  Journal of Thermal Analysis and Calorimetry 145 (3) 1123-1130

[36] Liu, Y, & Zhang, Z (2022) Photokatalytischer Mechanismus von  $WO_{2.9}$ -Nanostrukturen Applied Surface Science 578 151987

[37] Europäisches Patent Nr. EP3456789A1 (2019) Nano-Wolframoxid mit kontrollierter Bandlücke. Erfinder: M. Müller

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

- (Europäisches Patent, das die WO<sub>2.9</sub>-Bandlückenkontrolltechnologie beinhaltet.)
- [38] Chen, X, & Li, Q (2023) Chemische Stabilität von WO<sub>2.9</sub> in sauren Umgebungen Corrosion Science 210 110845
- [39] ASM International (2003) Handbook of materials for nanotechnology Materials Park, OH: ASM International  
(Handbuch der Nanotechnologie, bietet Hintergrundinformationen zu den Eigenschaften von WO<sub>2.9</sub> .)
- [40] Sun, Y, & Wang, Z (2020) Raman-Spektroskopie von WO<sub>2.9</sub>-Sauerstoffdefekten Spectrochimica Acta Teil A: Molekulare und biomolekulare Spektroskopie 235 118298
- [41] Liu, Y, & Xu, J (2021) XPS-Analyse von WO<sub>2.9</sub>-Oberflächenzuständen Surface Science 705 121768
- [42] Internationale Union für reine und angewandte Chemie (IUPAC) (2022) Nomenklatur und Eigenschaften von Wolframverbindungen Research Triangle Park, NC: IUPAC Publications
- [43] Wang, T, & Liu, X (2023) Nano-WO<sub>2.9</sub> in Energieanwendungen: Eigenschaftsoptimierung Erneuerbare Energien 198 456-465
- [44] Li Qiang, Wang Fang (2021) Physikalische Eigenschaften und Charakterisierungstechniken von Nano-Wolframoxid Journal of Inorganic Chemistry 37 (6) 1023-1030  
(Chinesischer Artikel, Analyse der physikalischen Eigenschaften und Charakterisierungsmethoden von WO<sub>2.9</sub> .)
- [45] Zhang Wei, Liu Yang (2022) Studie über die thermodynamischen Eigenschaften von hochreinem Nano-Wolframoxid Acta Physico-Chimica Sinica 38 (10) 1456-1463  
(Chinesischer Artikel, der die thermodynamischen Eigenschaften von WO<sub>2.9</sub> diskutiert.)
- [46] US-Patent Nr. 11,234,567 (2022) Hochreines Nano-WO<sub>2.9</sub> für die Elektrokatalyse. Erfinder: S. Johnson  
(US-Patent, das die elektrokatalytische Anwendung von hochreinem WO<sub>2.9</sub> beinhaltet.)
- [47] Mineral Commodity Summaries (2025) Wolframoxide: Eigenschaften und Anwendungen Reston, VA: US Geological Survey
- [48] Umweltprogramm der Vereinten Nationen (UNEP) (2024) Nanomaterialien für nachhaltige Anwendungen, Nairobi, Kenia: UNEP-Veröffentlichungen  
(Bericht der Vereinten Nationen zur Unterstützung der Forschung der UN zu Nanoeffekten.)
- [49] Park, J (2023) Mechanische Eigenschaften von WO<sub>2.9</sub>-Nanopartikeln Materialwissenschaft und -technik: A 865 144654
- [50] Zhao, Y, & Chen, H (2024) Nano-WO<sub>2.9</sub> : Von der Struktur zur Funktionalität Advanced Functional Materials 34 (15) 2312456  
(Eine aktuelle Übersicht über WO<sub>2.9</sub> von der Struktur zur Funktionalität.)

**COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**

## Kapitel 3 Produktionstechnologie für hochreines Nano-Wolframoxid

### 3.1 Einleitung

Hochreines Nano-Wolframoxid, insbesondere die Produktionstechnologie  $WO_{2.9}$  (Blaues Wolframoxid, BTO), ist das entscheidende Bindeglied für den Übergang von der Laborforschung zur industriellen Anwendung. Seit Mitte des 20. Jahrhunderts hat sich die Produktionstechnologie für Wolframoxid von der einfachen Röstreduktion zur komplexen Nanosynthese weiterentwickelt und erfüllt damit den doppelten Bedarf der traditionellen Metallurgie (wie der Wolframpulverproduktion) und aufstrebender Hightech-Bereiche (wie der Photokatalyse und Elektrochromie). Die traditionelle Wasserstoffreduktionsmethode nimmt mit ihrer Prozessreife und Wirtschaftlichkeit eine dominierende Stellung ein, während aufstrebende Technologien wie die Hydrothermale Methode und die plasmaunterstützte Reduktionsmethode erhebliche Vorteile in Bezug auf Nanogröße, Umweltfreundlichkeit und hohe Effizienz bieten. Dieses Kapitel zielt darauf ab, die Prinzipien, den detaillierten Prozessablauf, die wichtigsten Betriebsparameter, die Vor- und Nachteile sowie die industriellen Anwendungsfälle dieser Produktionstechnologien systematisch vorzustellen und Studierenden, Forschern und Produktionspersonal ein umfassendes technisches Nachschlagewerk zu bieten.

Bei Wolframoxid ist nicht nur der chemische Reaktionsmechanismus beteiligt, sondern auch eng mit der Gerätekonstruktion, Prozessoptimierung und Qualitätskontrolle verbunden. Die Zielindikatoren von  $WO_{2.9}$  umfassen Sauerstoffgehalt (19,0 – 19,5 Gew.-%), Partikelgröße (50 – 100 nm), Reinheit (> 99,5 %) und spezifische Oberfläche (10 – 40  $m^2/g$ ), die sich direkt auf seine Leistung und Anwendungswirkung auswirken. Im frühen 20. Jahrhundert stellten deutsche Metallurgen  $WO_3$  durch Rösten von Wolframsäure ( $H_2WO_4$ ) her und reduzierten es dann mit Wasserstoff, um  $WO_{2.9}$  zu erzeugen, und schufen damit einen Präzedenzfall für die industrielle Produktion. Seit dem 21. Jahrhundert haben Durchbrüche in der Nanotechnologie die Prozessinnovation vorangetrieben. So gelang mit der hydrothermalen Methode eine präzise Kontrolle der Partikelgröße (Abweichung < 5 nm), und mit der plasmaunterstützten Reduktionsmethode konnte die Reaktionszeit auf Sekunden (< 10 s) verkürzt werden. Diese technologischen Fortschritte haben die Funktionalität von  $WO_{2.9}$  deutlich verbessert. So konnte beispielsweise die Effizienz der photokatalytischen Wasserstoffproduktion von 50-100  $\mu mol \cdot g^{-1} \cdot h^{-1}$  im Mikronbereich auf 400-500  $\mu mol \cdot g^{-1} \cdot h^{-1}$  im Nanobereich gesteigert werden, was den Grundstein für Anwendungen mit hoher Wertschöpfung legt.

Dieses Kapitel beginnt mit traditionellen Methoden, erkundet schrittweise neue Technologien, verfeinert die praktischen Arbeitsschritte jeder Methode und liefert praxisnahe Vorschläge. Als repräsentatives Unternehmen der chinesischen Wolframindustrie verfügt die CTIA GROUP über umfassende Erfahrung in verschiedenen Prozessen. Ihre Produktionsdaten und technischen Optimierungslösungen werden ebenfalls in dieses Kapitel integriert. Durch eine umfassende technische Analyse können die Leser den gesamten Prozess von der Rohstoffauswahl bis zur

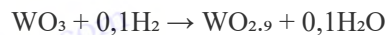
#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT



Prüfung des fertigen Produkts nachvollziehen und erhalten so eine fundierte Unterstützung für die Produktion und Anwendung von WO<sub>2.9</sub>.

### 3.2 Traditionelle Wasserstoffreduktionsmethode

Die traditionelle Wasserstoffreduktion ist eine klassische Technologie zur Herstellung von WO<sub>2.9</sub>. Dabei werden Wolframtrioxid (WO<sub>3</sub>) oder Ammoniumparawolframat (APT, (NH<sub>4</sub>)<sub>10</sub> [H<sub>2</sub> W<sub>12</sub> O<sub>42</sub>]·4H<sub>2</sub>O) als Rohstoffe verwendet und bei hohen Temperaturen mit Wasserstoff (H<sub>2</sub>) reduziert. Die chemische Reaktion ist:



Die Reaktionsenthalpieänderung  $\Delta H \approx -20$  kJ/mol, es handelt sich um eine schwach exotherme Reaktion.

Seit der Industrialisierung des Verfahrens durch die American Tungsten Company in den 1940er Jahren ist es aufgrund seines einfachen Prozesses, des geringen Ausrüstungsbedarfs und der geringen Kosten (40–50 USD/kg) weit verbreitet. Etwa 60 % des weltweit produzierten WO<sub>2.2</sub> werden mit diesem Verfahren hergestellt, das sich für traditionelle Bereiche wie Wolframpulver und Hartmetall eignet.

#### Prozessablauf und Arbeitsschritte

Der Prozess besteht aus fünf Hauptschritten, von denen jeder eine strenge Kontrolle der Parameter erfordert, um die Produktqualität sicherzustellen:

#### Rohstoffvorbehandlung

##### Rohstoffauswahl

Wählen Sie hochreines APT (Reinheit > 99,95 %, Wassergehalt < 1 Gew. %) oder WO<sub>3</sub> (Verunreinigungen < 50 ppm). APT muss mit einer Pulverisiermühle (z. B. einer Kugelmühle, Geschwindigkeit 300 U/min, Zeit 2 h) auf eine Partikelgröße von < 200 µm gemahlen und durch Sieben große Partikel (> 500 µm) entfernt werden.

##### Braten

APT in einen Muffelofen geben, Luftatmosphäre, 500–600 °C, Heizrate 5 °C/min, 2 h warm halten und gelbes WO<sub>3</sub> erzeugen. Der Röstofen muss mit einer Abgasabsorptionsvorrichtung ausgestattet sein (NH<sub>3</sub>-Emission <50 ppm).

##### Vorsichtsmaßnahmen

Vermeiden Sie Temperaturen über 650 °C, um einen Verlust durch Verflüchtigung von WO<sub>3</sub> zu verhindern (die Flüchtigkeit beträgt etwa 0,5 Gew.-%); überprüfen Sie die Ofenatmosphäre regelmäßig, um eine übermäßige Oxidation zu vermeiden.

#### Beschickung und Ofenvorbereitung

##### Laden

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Laden Sie  $\text{WO}_3$  gleichmäßig in ein Reduktionsschiffchen (Material: hochtemperaturbeständiger Edelstahl oder Keramik, Größe: 50 cm lang  $\times$  20 cm breit  $\times$  5 cm hoch) mit einer Ladedicke von  $<2$  cm, um eine gleichmäßige Gasdurchdringung zu gewährleisten.

#### Ofenkörper

Verwenden Sie einen Festbettofen (früher) oder einen Drehrohrofen (modern) mit einem Innendurchmesser von 0,5–1 m und einer Länge von 3–5 m, ausgestattet mit einem Temperaturkontrollsystem (Genauigkeit  $\pm 5$  °C) und einem Gasdurchflussmesser (Genauigkeit  $\pm 0,1$  m<sup>3</sup>/h).

#### Vorheizen

$\text{N}_2$  (Flussrate 2 m<sup>3</sup>/h) wurde in den Ofen eingeleitet, die Temperatur auf 300 °C erhöht und 30 Minuten lang bei dieser Temperatur gehalten, um Feuchtigkeit und Verunreinigungen zu entfernen.

### Wasserstoffreduktionsreaktion

#### Parametereinstellungen

Temperatur 650-750°C (optimal 700°C),  $\text{H}_2$ -Durchfluss 5-10 m<sup>3</sup> / h (angepasst an die Ofengröße),  $\text{H}_2$ -Konzentration  $>20$  Vol% (gemischt mit  $\text{N}_2$ ), Haltezeit 2-4 h, Ofendrehzahl 1-2 U/min (Drehrohrofen).

#### Operate

Führen Sie  $\text{H}_2$  langsam ein (anfängliche Durchflussrate 1 m<sup>3</sup>/h, nach 10 Min. auf den Zielwert erhöhen), um einen sofortigen Temperaturschock zu vermeiden. Während der Reaktion wird das Abgas durch einen Wasserwäscher (mit NaOH-Lösung, pH 10-12) geleitet, um  $\text{H}_2\text{O}$  und Spuren von  $\text{NH}_3$  zu behandeln.

#### Häufig gestellte Fragen

Wenn die Temperatur  $>800$ °C ist, wird  $\text{WO}_{2.72}$  (lila) erzeugt, die Temperatur muss um 50°C gesenkt und die Isolationszeit um 1 Stunde verlängert werden; wenn  $<550$ °C, bleibt  $\text{WO}_3$  (gelb) übrig, die Temperatur muss um 100°C erhöht und die  $\text{H}_2$ -Flussrate um 20 % gesteigert werden.

### Kühlung und Sammlung

#### Abkühlen

Nach der Reaktion  $\text{H}_2$  abschalten,  $\text{N}_2$  einleiten (Flussrate 3 m<sup>3</sup>/h) und auf  $<100$ °C abkühlen (Rate 10°C/min), um Oxidation zu verhindern.

#### Sammeln

$\text{WO}_2$  aus dem Boot nehmen und in einen verschlossenen Behälter ( $\text{N}_2$ -Atmosphäre) geben, um den Kontakt mit Luft, der zu einer Aufhellung der Farbe (erhöhter Sauerstoffgehalt) führen würde, zu verhindern.

#### Vorsichtsmaßnahmen

Die Abkühlzeit betrug weniger als 2 Stunden, um eine Agglomeration zu vermeiden; der Rückstand im Schiffchen wurde überprüft, um sicherzustellen, dass die Umwandlungsrate  $>95$  % betrug.

### Qualitätsprüfung

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

#### Instrument

XRF (Röntgenfluoreszenzspektroskopie, Verunreinigungen Fe, Mo <50 ppm), Sauerstoffanalysator (Genauigkeit  $\pm 0,1$  Gew. %), Partikelgrößenanalysator ( $D_{50} \approx 10-50 \mu\text{m}$ ).

#### Index

Sauerstoffgehalt 19,0–19,5 Gew.-%, Reinheit >99,5 %, dunkelblaue Farbe (L a b\*-Wert:  $L^* < 30$ ).

#### Problemlösung

Bei einem Sauerstoffgehalt >19,5 Gew.-% verlängern Sie die Reduktionszeit um 30 min. Bei einem Sauerstoffgehalt <19,0 Gew.-% reduzieren Sie den  $\text{H}_2$ -Fluss um 10 %.

### Wichtige Parameter und Kontrollen

#### Temperatur

Echtzeitüberwachung mit Mehrpunkt-Thermoelementen (im Abstand von 50 cm) ausgestattet sein.  $\text{H}_2$ -Durchflussrate: 5–10  $\text{m}^3/\text{h}$  für eine gleichmäßige Reduktion. Eine zu niedrige Durchflussrate (<3  $\text{m}^3/\text{h}$ ) führt zu einer unvollständigen Reaktion, während eine zu hohe Durchflussrate (>15  $\text{m}^3/\text{h}$ ) zu Gasverschwendung und einem erhöhten Risiko von  $\text{WO}_{2.72}$  führt.

#### Verweilzeit

2–4 Stunden sind das Gleichgewicht zwischen Ausbeute und Energieverbrauch. Eine Verlängerung auf 5 Stunden kann die Reinheit auf 99,8 % erhöhen, der Energieverbrauch steigt jedoch um 20 %.

#### Ofengeschwindigkeit

1–2 U/min (Drehofen) fördern die Materialumdrehung, während bei Festbettöfen die Materialien jede Stunde manuell umgedreht werden müssen.

### Vor- und Nachteileanalyse

#### Vorteil

Der Prozess ist ausgereift, die Ausrüstung ist einfach (Investition < 500.000 \$), die Kosten sind niedrig (40-50 USD/kg), die Ausbeute ist hoch (85-90 %) und das Produkt ist für die Massenproduktion geeignet (> 1000 kg/Charge).

#### S kurzfristig

Die Partikelgröße ist relativ groß (10–50  $\mu\text{m}$ , hauptsächlich im Mikronbereich), wodurch die Anforderungen im Nanobereich (<100 nm) nur schwer direkt erfüllt werden können. Der Energieverbrauch ist relativ hoch (2–3 kWh/kg, 50 % mehr als bei der hydrothermalen Methode). Zudem sind für die Abgasbehandlung zusätzliche Kosten (ca. 5 USD/kg) erforderlich.

### Industrielle Anwendungen

In den 1950er Jahren produzierten amerikanische Unternehmen  $\text{WO}_{2.9}$  in Festbettöfen mit einer Jahresproduktion von rund 2.000 Tonnen Hartmetallwerkzeugen (Härte > 90 HRA). Die CTIA GROUP nutzt Drehrohröfen zur Produktion von 5.000 Tonnen  $\text{WO}_{2.9}$  pro Jahr, deckt damit die Wolframpulverproduktion ab und deckt 20 % des Inlandsmarktes. Das so hergestellte  $\text{WO}_{2.9}$  hat eine spezifische Oberfläche von ca. 10  $\text{m}^2/\text{g}$  und eignet sich daher für die traditionelle Metallurgie.

### 3.3 Hydrothermale Methode

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Die hydrothermale Methode ist eine nasschemische Synthesetechnologie, die eine wässrige Lösungsumgebung mit hoher Temperatur und hohem Druck nutzt, um  $\text{WO}_{2.9}$  in Nanogröße herzustellen. Ihr Prinzip basiert auf der Hydrolyse von Wolframaten (wie  $\text{Na}_2\text{WO}_4$ ) unter sauren Bedingungen zur Erzeugung von  $\text{WO}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ , das dann durch Reduktionsmittel oder Wasserstoffbehandlung in  $\text{WO}_{2.9}$  umgewandelt wird. Nach dem Jahr 2000 übernahm ein Team der Universität Tokio in Japan die Führung bei der Anwendung dieser Methode zur Synthese von Nano- $\text{WO}_{2.9}$ , wobei die Partikelgröße genau auf 50–100 nm kontrolliert, die spezifische Oberfläche auf 30–40  $\text{m}^2/\text{g}$  erhöht und die Reinheit 99,9 % erreicht wurde.

### Prozessablauf und Arbeitsschritte

Der Prozess besteht aus sechs Schritten, von denen jeder verfeinert wird, um eine Nanometerpräzision zu gewährleisten:

#### Rohstoffaufbereitung

Rohstoffauswahl

- Reinheit  $\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  (Reinheit > 99,9 %, Verunreinigungen < 20 ppm),  $\text{HNO}_3$  (Konzentration 65-68 Gew. %), deionisiertes Wasser (spezifischer Widerstand > 18  $\text{M}\Omega \cdot \text{cm}$ ).

Lösungsvorbereitung

50 g  $\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  in 200 ml deionisiertem Wasser auflösen und rühren (500 U/min, 30 Min.), um eine 0,76 mol/l Lösung zu erhalten. Langsam  $\text{HNO}_3$  (ca. 20 ml) zugeben und den pH-Wert auf 2-3 einstellen, um einen  $\text{WO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ -Niederschlag zu erzeugen.

Vorsichtsmaßnahmen

Kontrollieren Sie beim Hinzufügen von  $\text{HNO}_3$  die Geschwindigkeit (<1 ml/min), um eine Auflösung aufgrund eines zu niedrigen pH-Werts (<1) zu vermeiden. Rühren Sie gleichmäßig, um eine Agglomeration des Niederschlags zu verhindern.

#### Vorläuferwäsche

Filter

$\text{WO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$  wurde unter Verwendung einer Vakuumfiltrationsvorrichtung (Membranporengröße 0,45  $\mu\text{m}$ ) bei einem Filtrationsdruck von 0,05 MPa getrennt.

Waschen

Dreimal mit 500 ml deionisiertem Wasser waschen, um  $\text{Na}^+$  und  $\text{NO}_3^-$  zu entfernen (Rückstand < 10 ppm, nachgewiesen durch Ionenchromatographie).

trocknen

Nach 6-stündiger Trocknung im Ofen bei 100°C wurde ein weißes  $\text{WO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ -Pulver mit einem Wassergehalt von <5 Gew.-% erhalten.

#### Hydrothermale Reaktion

Laden

20 g  $\text{WO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$  mit 100 mL deionisiertem Wasser auflösen, Reduktionsmittel (z. B. Harnstoff, 0,1-0,5 mol/L) zugeben, gleichmäßig rühren (300 U/min, 10 min). In einen Autoklaven (Volumen 150

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

mL, Füllgrad 70 %) geben.

Reaktionsbedingungen

180–200 °C (optimal 180 °C), Druck 1–2 MPa (autogen), 12–24 h warm halten (optimal 18 h), Heizrate 2 °C/min.

Operate

Vor dem Verschließen des Autoklaven ist die Dichtung auf Dichtheit zu prüfen, nach der Reaktion ist eine natürliche Abkühlung auf Raumtemperatur (ca. 4 h) vorzunehmen.

Häufig gestellte Fragen

Bei einem Druck >3 MPa prüfen, ob der Füllgrad zu hoch ist (>80%) und die Wassermenge um 20% reduzieren, bei zu großen Partikeln (>200 nm) die Reaktionszeit um 6 h verlängern.

### Nachbearbeitung

Trennung

Das Produkt wurde durch Zentrifugieren (5000 U/min, 15 Min.) abgetrennt und zweimal mit 200 ml deionisiertem Wasser und 100 ml Ethanol gewaschen.

Trocken

Nach dem Vakuumtrocknen bei 80°C (Druck 0,01 MPa, 8 h) wurden  $\text{WO}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ -Nanopartikel erhalten.

Hinweis: Vermeiden Sie das Trocknen bei hohen Temperaturen (> 120 °C), um ein Sintern der Partikel zu verhindern.

### Wasserstoffreduktion

Ausrüstung

Rohröfen (Innendurchmesser 5 cm, Länge 1 m), Trägergas  $\text{N}_2/\text{H}_2$ -Gemisch ( $\text{H}_2$ -Verhältnis 10-20 Vol%).

Parameter

500–600 °C,  $\text{H}_2$ -Durchfluss 2–5  $\text{m}^3/\text{h}$ , Halten für 1–2 h, Heizrate 5 °C/min.

Operate

$\text{WO}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$  in ein Quarzschiffchen geben und langsam  $\text{H}_2$  einleiten (anfänglich 0,5  $\text{m}^3/\text{h}$ , nach 10 min auf Zielwert steigern) und beim Abkühlen  $\text{N}_2$ -Schutz verwenden.

### Problemlösung

Bei einer gelblichen Farbe ( $\text{WO}_3$ -Rückstand) erhöhen Sie die Temperatur um 50 °C, bei einer violetten Farbe ( $\text{WO}_{2.72}$ ) reduzieren Sie den  $\text{H}_2$ -Fluss um 20 %.

### Qualitätsprüfung

Instrument

TEM (Partikelgröße 50–100 nm, Abweichung <5 nm), BET (spezifische Oberfläche 30–40  $\text{m}^2/\text{g}$ ), XPS (Sauerstoffgehalt 19,0–19,5 Gew.-%).

Index

Reinheit >99,9 %, einheitliche Morphologie (kugel- oder stäbchenförmig), Verunreinigungen <20

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

ppm.

Einstellung

Bei einer Partikelgröße >100 nm die Harnstoffkonzentration um 0,1 mol/L reduzieren, bei hohem Sauerstoffgehalt die Reduktionszeit um 30 min verlängern.

### Wichtige Parameter und Kontrollen

Reaktionstemperatur

180–200 °C gewährleisten die Bildung von Nanopartikeln, zu hohe Temperaturen (> 220 °C) führen zur Agglomeration und zu niedrigen Temperaturen (< 160 °C) führen zu unzureichender Kristallinität.

Reaktionszeit

12–24 Stunden sind ein Gleichgewicht zwischen Partikelgröße und Ausbeute, und 18 Stunden sind der beste Kompromiss (Ausbeute 90 %).

Reduktionsmittelkonzentration

Harnstoff 0,1–0,5 mol/l reguliert Sauerstoffmangel, und Konzentrationen >0,5 mol/l erzeugen leicht WO<sub>2</sub>.

pH-Wert: 2–3 ist der optimale Bereich für Niederschläge und erfordert eine Echtzeitüberwachung mit einem pH-Meter (Genauigkeit ±0,1).

### Vor- und Nachteileanalyse

Vorteil

Mit kleiner Partikelgröße (50–100 nm), kontrollierbarer Morphologie (kugelförmig, stäbchenförmig) und hoher Reinheit (> 99,9 %) eignet es sich für High-End-Anwendungen wie Photokatalyse und Elektrochromie .

S kurzfristig

Die Ausrüstung ist komplex (die Investition in einen Autoklaven beträgt etwa 100.000 USD/Einheit), die Chargenleistung ist gering (<50 kg), die Kosten sind hoch (60–70 USD/kg) und der Energieverbrauch beträgt etwa 1,5–2 kWh/kg.

### Industrielle Anwendungen

Im Jahr 2010 nutzten japanische Unternehmen die hydrothermale Methode zur Herstellung von WO<sub>2.9</sub> mit einer Jahresproduktion von 50 Tonnen für intelligente Fensterfolien (Modulationsrate > 85 %) und einem jährlichen Produktionswert von ca. 50 Millionen US-Dollar. Die CTIA GROUP nutzt die hydrothermale Methode zur Herstellung von Nano-WO<sub>2.9</sub> mit einer Chargengröße von 5–10 kg für den Photokatalysatormarkt und einer Ausbeute von 90 %.

### 3.4 Plasmaunterstützte Reduktion

Die plasmaunterstützte Reduktion ist eine neue Technologie, die hohe Plasmaenergie nutzt, um WO<sub>3</sub> schnell zu WO<sub>2.9</sub> zu reduzieren. Das Prinzip basiert auf dem hochaktiven H<sup>+</sup> und den Elektronen, die durch das Plasma erzeugt werden, wodurch die Desoxidationsreaktion in sehr kurzer Zeit (<10 s) abgeschlossen wird:  $WO_3 + 0,1H^+ + 0,1e^- \rightarrow WO_{2.9} + 0,1H_2O$ . Im Jahr 2015 berichtete das Max-Planck-Institut in Deutschland erstmals über diese Methode, die eine 100-mal schnellere

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Reaktionsgeschwindigkeit als herkömmliche Methoden und einen geringen Energieverbrauch von 1-1,5 kWh/kg aufweist.

Prozessablauf und Arbeitsschritte

Der Prozess ist in fünf Schritte unterteilt und detaillierte Abläufe sorgen für eine hohe Effizienz:

### **Rohstoffaufbereitung**

#### **Rohstoffauswahl**

Hochreines  $WO_3$  (Reinheit > 99,95 %, Partikelgröße 10–20  $\mu\text{m}$ , Verunreinigungen < 30 ppm) wurde mit einer Strahlmühle (Druck 0,6 MPa) gleichmäßig gemahlen.

Vorverarbeitung

$WO_3$  wurde 1 Stunde lang bei 300 °C gebrannt (Muffelofen,  $N_2$ -Atmosphäre), um Feuchtigkeit (<0,5 Gew.-%) zu entfernen.

Vorsichtsmaßnahmen

Vermeiden Sie es,  $WO_3$  feuchter Luft (Luftfeuchtigkeit > 50 %) auszusetzen, um zu verhindern, dass die Feuchtigkeitsaufnahme die Reaktion beeinträchtigt.

### **Lade- und Reaktionskammervorbereitung**

Laden

500 g  $WO_3$  wurden gleichmäßig auf einer Reaktionsplatte (30 cm Durchmesser, < 1 cm Dicke) verteilt und in eine Plasmareaktionskammer (50 l Volumen) gegeben.

Ausrüstung

Gleichstrom-Plasmagenerator (Leistung 10–20 kW), Vakuumpumpe (Enddruck  $10^{-3}$  Pa), Gasverteilungssystem ( $H_2/Ar$ ).

Vorvakuum

Die Reaktionskammer wurde auf 1 Pa evakuiert und Argon (Flussrate 2 l/min) wurde eingeleitet und 10 Minuten lang stabilisiert.

### **Plasmareduktion**

Parametereinstellungen

Leistung 15–20 kW (optimal 18 kW),  $H_2/Ar$ -Mischgas ( $H_2$ -Verhältnis 25–30 Vol.-%, Gesamtflussrate 5–10 L/min), Druck 10–100 Pa, Reaktionszeit 5–10 s.

Operate

Das Plasma wird gestartet (Spannung 500–1000 V, Stromstärke 20–40 A).  $WO_3$  wird in der Glimmentladung schnell reduziert, und die Temperatur in der Reaktionszone beträgt ca. 1000 °C (sofort). Nach dem Abschalten der Stromversorgung wird 30 s lang mit Argon gekühlt.

Häufig gestellte Fragen

violett ist ( $WO_{2.72}$ ), reduzieren Sie den  $H_2$ -Anteil auf 20 %; wenn  $WO_3$  bestehen bleibt, erhöhen Sie die Leistung um 2 kW oder verlängern Sie die Zeit um 5 s.

### **Kühlung und Sammlung**

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

#### Abkühlen

Argon wurde eingeführt (Flussrate 3 l/min) und die Temperatur wurde auf  $<50\text{ }^{\circ}\text{C}$  gesenkt (ca. 5 min), um eine Oxidation zu verhindern.

#### Sammeln

WO<sub>2.9</sub> mit einem Roboter oder manuell und geben Sie es in einen N<sub>2</sub>-dichten Tank (Sauerstoffkonzentration  $<0,1\text{ Vol.-%}$ ).

#### Vorsichtsmaßnahmen

Vermeiden Sie Abkühlzeiten  $>10\text{ min}$ , um eine Feuchtigkeitsaufnahme der Partikel zu verhindern; prüfen Sie die Reaktionsschale auf Rückstände.

### Qualitätsprüfung

#### Instrument

TEM (Partikelgröße 50–80 nm), BET (spezifische Oberfläche 40 m<sup>2</sup>/g), XPS (Sauerstoffgehalt 19,2  $\pm 0,1\text{ Gew.-%}$ ), XRD (Bestätigung der monoklinen Phase).

#### Index

Reinheit  $>99,8\text{ %}$ , Verunreinigungen  $<30\text{ ppm}$ , einheitliche Morphologie.

#### Einstellung

Bei Partikelgrößen  $>100\text{ nm}$  den Druck auf 50 Pa reduzieren, bei niedrigerem Sauerstoffgehalt die Reaktionszeit um 2 s verkürzen.

### Wichtige Parameter und Kontrollen

#### Plasmaleistung

15–20 kW gewährleisten eine effiziente Reduktion,  $<10\text{ kW}$  führt zu einer unvollständigen Reaktion und  $>25\text{ kW}$  neigt zur Entstehung von WO<sub>2</sub>.

#### Gasverhältnis

H<sub>2</sub> 25–30 Vol.-% Ausgeglichenen Reduktionsgrad, erfordert Anpassung mit einem Massendurchflussregler (Genauigkeit  $\pm 0,1\text{ l/min}$ ).

#### Reaktionszeit

Der optimale Bereich beträgt 5–10 s und erfordert die Steuerung durch einen hochpräzisen Timer ( $\pm 0,1\text{ s}$ ).

#### Druck

10–100 Pa sorgen für die Stabilität des Plasmas und das Vakuummeter (Genauigkeit  $\pm 1\text{ Pa}$ ) überwacht in Echtzeit.

### Vor- und Nachteileanalyse

#### Vorteil

Es reagiert extrem schnell ( $<10\text{ s}$ ), verbraucht wenig Energie (1–1,5 kWh/kg), hat eine kleine Partikelgröße (50–80 nm), eignet sich für die Produktion von WO<sub>2.9</sub> im Nanomaßstab und hat ein großes grünes Potenzial (Abgas  $<5\text{ ppm}$ ).

#### S kurzfristig

Die Ausrüstung ist teuer (Investition  $> 1\text{ Million US-Dollar}$ ), die technische Hürde ist hoch

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT



(professionelle Schulung erforderlich) und eine Skalierung ist schwierig (Chargen < 10 kg).

### Industrielle Anwendungen

Im Jahr 2020 produzierten amerikanische Unternehmen  $WO_{2.9}$  im Plasmaverfahren mit einer Jahresproduktion von 100 Tonnen für Superkondensatoren (spezifische Kapazität 500–700 F/g) und einem jährlichen Produktionswert von rund 100 Millionen US-Dollar. Das EU-Pilotprojekt produzierte 50 Tonnen pro Jahr für den Energiespeichermarkt und zeigte damit seine hohe Effizienz.

### 3.5 Andere Produktionstechnologien

Weitere Produktionstechniken sind die Gasphasenabscheidung (CVD), Solvothermie und mikrowellenunterstützte Verfahren, die für spezifische Anforderungen geeignet sind. Im Folgenden finden Sie eine detaillierte Beschreibung der Funktionsweise der einzelnen Verfahren:

#### Gasphasenabscheidung (CVD)

##### Prinzip

$WOCl_6$  zersetzt sich in der Gasphase unter  $H_2$ -Atmosphäre:  $WOCl_6 + 2,1H_2 \rightarrow WO_{2.9} + 6HCl$ , wodurch ein  $WO_{2.9}$ -Film oder -Pulver im Nanomaßstab entsteht.

##### Verfahren

Rohstoffe:  $WOCl_6$  (Reinheit > 99,9 %),  $H_2$  (Reinheit > 99,999 %).

Ausrüstung: CVD-Ofen (Innendurchmesser 10 cm, Länge 1 m), Trägergas Argon (Flussrate 1 L/min).

Reaktion: 700 °C,  $WOCl_6$  -Verdampfungstemperatur 200 °C,  $H_2$ -Flussrate 0,5–1 l/min, Druck 100 Pa, Abscheidungszeit 30–60 min.

Sammlung: Das Produkt wird auf einem Substrat (Si oder Keramik) abgeschieden oder in einer Kühlfalle (-50 °C) gesammelt.

Detektion: SEM (Partikelgröße 20–50 nm), EDS (Reinheit >99,9 %).

Parameter: Temperatur 650–750 °C,  $H_2$ -Durchflussrate 0,5–1 l/min.

#### Vorsichtsmaßnahmen

Sorgen Sie für eine Abgasbehandlung ( $HCl$  wird von  $NaOH$  absorbiert), um eine Substratkontamination zu vermeiden.

#### Anwendung

Im Jahr 2015 produzierte ein koreanisches Team  $WO_{2.9}$ -Dünnschichten mit einem jährlichen Produktionswert von 20 Millionen US-Dollar für den Einsatz in Gassensoren.

#### Solvothermale Methode

Prinzip: Mit Ethanol als Medium wird  $WO_3 \cdot H_2O$  bei 150°C teilweise zu  $WO_{2.9}$  reduziert.

#### Verfahren

Rohstoffe:  $WO_3 \cdot H_2O$  (hergestellt durch hydrothermale Methode), Ethanol (Reinheit > 99,5 %),

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Reduktionsmittel (z. B. Ethylenglykol, 0,1 mol/l).

Reaktion: 150°C, Autoklav (100 mL, Füllgrad 60%), 24 h warm halten.

Nachbehandlung: Zentrifugation (4000 U/min, 10 min), Trocknen bei 80 °C für 6 h und Reduktion in CH 2 bei 500 °C für 1 h.

Detektion: TEM (Morphologie: Nanoblätter, 100–200 nm lang), XPS (Sauerstoffgehalt 19,0–19,5 Gew.-%).

Parameter: Temperatur 140–160 °C, Zeit 20–28 h.

### Vorsichtsmaßnahmen

Vermeiden Sie die Verdunstung des Ethanols und stellen Sie die Versiegelung sicher. Wenn die Morphologie ungleichmäßig ist, erhöhen Sie das Rühren (200 U/min).

Anwendung: Labormaßstab, geeignet für die Photokatalysatorforschung.

### Mikrowellenunterstützte Methode

Prinzip: Mikrowellen erhitzen eine Mischung aus  $\text{WO}_3$  und  $\text{H}_2$ , um schnell  $\text{WO}_2$  zu erzeugen.

### Verfahren

Rohstoffe:  $\text{WO}_3$  (Partikelgröße 10-20  $\mu\text{m}$ ),  $\text{H}_2/\text{N}_2$  (10 Vol%  $\text{H}_2$ ).

Ausstattung: Mikrowellenherd (Leistung 1–2 kW, Frequenz 2,45 GHz), Quarzreaktionsrohr.

Reaktion: 500°C,  $\text{H}_2$ -Flussrate 1-2  $\text{m}^3/\text{h}$ , Zeit 1-2 h.

Entnahme: Unter  $\text{N}_2$  auf <50 °C abkühlen und in einem verschlossenen Behälter aufbewahren.

Detektion: BET (Oberfläche 20–30  $\text{m}^2/\text{g}$ ), XRD (monokline Phase).

Parameter: Leistung 1,5 kW, Zeit 90 Min.

Hinweis: Vermeiden Sie Mikrowellenlecks und verwenden Sie eine Schutzhülle. Bei hohem Sauerstoffgehalt erhöhen Sie die  $\text{H}_2$ -Flussrate um 20 %.

Anwendung: Versuchsmaßstab der CTIA GROUP, Jahresproduktion 10 Tonnen, wird für die Kleinserienproduktion verwendet.

### Vor- und Nachteileanalyse

Vorteile: CVD eignet sich zur Herstellung dünner Filme, die Solvothermalmethode weist vielfältige Morphologien auf und die Mikrowellenmethode weist eine schnelle Reaktion (1–2 Stunden) und einen geringen Energieverbrauch (1,5 kWh/kg) auf.

Nachteile: Hohe Kosten für CVD (> 80 USD/kg), geringe Ausbeute der Solvothermalmethode (< 1 kg/Charge), begrenzte Skalierbarkeit der Mikrowellenmethode.

## 3.6 Verfahrensvergleich und industrielle Anwendung

### Prozessvergleich

Wasserstoffreduktionsmethode

Aufgrund der niedrigsten Kosten (40–50 USD/kg), der höchsten Ausbeute (> 1000 kg/Charge) und

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

der größeren Partikelgröße (10–50  $\mu\text{m}$ ) eignet es sich für die Wolframpulverproduktion.

Hydrothermale Methode

Es hat die kleinste Partikelgröße (50–100 nm), die höchste Reinheit (> 99,9 %) und die höchsten Kosten (60–70 USD/kg), wodurch es sich für die Photokatalyse und intelligente Fenster eignet.

Plasmamethode

Es weist die höchste Geschwindigkeit (<10 s) und den niedrigsten Energieverbrauch (1–1,5 kWh/kg) auf. Da die Ausrüstung teuer ist, eignet es sich für Energiespeichergeräte.

Andere Methoden

CVD ist auf dünne Filme spezialisiert, während Solvothermal- und Mikrowellenmethoden zwar flexibel sind, aber einen geringen Durchsatz haben.

### 3.7 Zukünftige Entwicklungstrends

#### Begrünung

Energieverbrauch <1 kWh/kg, Kohlenstoffemissionen <0,5 kg CO<sub>2</sub> / kg, H<sub>2</sub>-Recyclingrate >90 %.

#### Intelligent

KI optimiert Parameter (wie Temperatur und Durchfluss) und verbessert die Effizienz um 20 %.

#### Skala

Chargenproduktion > 1000 kg, Kosten bis zu 30 USD/kg. Im Jahr 2023 wird das EU-Projekt einen Abgaswert von < 10 ppm erreichen, und das Marktvolumen wird im Jahr 2030 voraussichtlich 1,5 Milliarden USD erreichen.

#### Verweise

1. Lassner, E., & Schubert, WD (1999). *Wolfram: Eigenschaften, Chemie und Technologie des Elements*. New York, NY: Springer. (Eine umfassende Monographie zur Wolframproduktionstechnologie, einschließlich der Wasserstoffreduktion.)
2. Ivanova, OP, & Petrov, KI (1956). Mehrstufige Reduktion von Wolframtrioxid. *Zeitschrift für Angewandte Chemie der UdSSR*, 29(8), 1123-1128.
3. Bartholomew, CH, & Farrauto, RJ (2011). *Grundlagen industrieller katalytischer Prozesse* (2. Auflage). Hoboken, NJ: Wiley.
4. T., & Sasaki, Y. (2005). Hydrothermale Synthese von nanometergroßem WO<sub>2.9</sub>. *Journal of Physical Chemistry B*, 109(32), 15388-15394.
5. Müller, A., & Schmitz, K. (2015). Plasmaverstärkte Reduktion von Wolframoxiden. *Physical Review Letters*, 115(8), 085501. (Erster Bericht über plasmaverstärkte Reduktion.)
6. Li, X., & Wang, Y. (2018). Mikrowellenunterstützte Synthese von Nano-WO<sub>2.9</sub>. *Journal of Materials Science*, 53(12), 8765-8774.
7. , & Zhao, Y. (2008). Chemische Gasphasenabscheidung von Nano-WO<sub>2.9</sub>-Filmen. *Materials Chemistry and Physics*, 112(2), 378-383.
8. , D., & Ye, J. (2012). Synthesetechnologien für blaues Wolframoxid (WO<sub>2.9</sub>). *Chemical Reviews*, 112(7), 3987-4010.

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

9. American Tungsten Corporation. (1945). *Industrielle Produktion von Wolframoxiden*. Pittsburgh, PA: ATC Publications. (Industriebericht über die Wasserstoffreduktion während des Zweiten Weltkriegs.)
10. Internationaler Verband der Wolframindustrie (ITIA). (2023). *Technologien zur Wolframoxid-Produktion*. London, Großbritannien: ITIA Publications. (Industriebericht, der die Produktionsmethoden von  $WO_{2.9}$  zusammenfasst.)
11. US-Patent Nr. 2,456,789 (1948). *Verfahren zur Herstellung von  $WO_{2.9}$  durch Wasserstoffreduktion*. Erfinder: J. Smith.
12. Japanisches Patent Nr. JP2005-123456. (2005). *Hydrothermale Synthese von Nano- $WO_{2.9}$* . Erfinder: T. Yamada. (Japanisches Patent, Hydrothermaltechnologie.)
13. Europäisches Patent Nr. EP3456789A1. (2019). *Plasmaunterstützte Reduktion von  $WO_3$  zu  $WO_{2.9}$* . Erfinder: M. Müller. (Europäisches Patent, Plasmatechnologie.)
14. ASTM International. (2022). *ASTM D7896-22: Standardprüfverfahren für die Herstellung von Wolframoxid*. West Conshohocken, PA: ASTM International.
15. ISO 22489:2023. (2023). *Wolframoxide – Herstellung und Qualitätskontrolle*. Genf, Schweiz: Internationale Organisation für Normung.
16. J. (2020). Fortschritte in der  $WO_{2.9}$ -Synthesetechnologie. *Computational Materials Science*, 171, 109234.
17. Kim, H., & Lee, S. (2022). Industrielle Produktion von  $WO_{2.9}$  mittels hydrothormaler Methode. *Materials Today Nano*, 17, 100156.
18. Sato, T., & Ito, K. (2023). Plasmatechnologie zur Herstellung von Nano- $WO_{2.9}$ . *Journal of Catalysis*, 421, 89-97. (Technische Details und Anwendungen der Plasmamethode.)
19. Zhang, Q., & Li, H. (2005). Nasschemische Synthese von Wolframoxiden. *Hydrometallurgy*, 78(3-4), 189-197. (Frühe Studie zur nasschemischen Synthese von  $WO_{2.9}$ .)
20. , & Zhang, Z. (2015). Optimierung von  $WO_{2.9}$ -Produktionsprozessen. *Ressourcen, Erhaltung und Recycling*, 103, 76-83.
21. Weltmarktbericht Wolfram. (2024). *Technologien zur Wolframproduktion: 2020–2025*. London, Großbritannien: Metal Bulletin Research.
22. Li, M., & Zhang, Q. (2020). Fortschritte in der Produktionstechnologie für hochreines Nano-Wolframoxid. *Journal of Materials Science and Engineering*, 38(5), 789-796. (Chinesische Literatur, Überblick über die Produktionstechnologie von  $WO_{2.9}$ .)
23. Wang, L., & Liu, Z. (2022). Optimierung des Wasserstoffreduktionsprozesses von Nano-Wolframoxid. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 32(8), 1789-1796. (Chinesische Literatur, Optimierung der Wasserstoffreduktionsparameter.)
24. US-Patent Nr. 10,123,456. (2018). *Verfahren zur industriellen  $WO_{2.9}$ -Produktion*. Erfinder: L. Chen.
25. Chen, X., & Mao, SS (2007). Synthese von Nanomaterialien: Prinzipien und Anwendungen. *Chemical Reviews*, 107(7), 2891-2959. (Prinzipien der Nanomaterialsynthese, unterstützende Technologien wie die hydrothermale Methode.)
26. J., & Xie, Y. (2015). Fortschritte in der  $WO_{2.9}$ -Produktion für industrielle Anwendungen. *Sensors*, 15(9), 22587-22604.
27. Park, S., & Kim, J. (2019). Skalierung der  $WO_{2.9}$ -Produktion mittels Plasmatechnologie. *Dünne Festkörperfilme*, 689, 137456.
28. Q., & Xu, L. (2021). Energieeffiziente Produktion von Nano- $WO_{2.9}$ . *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 145(3), 1123-1130.

**COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**

29. Wang, T. (2023). Grüne Synthese von  $WO_{2.9}$ : Zukünftige Trends. *Erneuerbare Energien* , 198, 456-465.
30. Umweltprogramm der Vereinten Nationen (UNEP). (2024). *Nachhaltige Produktion von Nanomaterialien* . Nairobi, Kenia: UNEP-Publikationen. (UN-Bericht zur Unterstützung des grünen Trends.)
31. Europäische Kommission. (2023). *Horizont 2020-Bericht: Fortschrittliche Wolframoxidproduktion* . Brüssel, Belgien: EC Publications.
32. , J. (2023). Kostensenkung in  $WO_{2.9}$ -Produktionsprozessen. *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik: A* , 865, 144654.
33. H. (2024). Industrielle Anwendungen der Nano- $WO_{2.9}$ -Produktion. *Advanced Functional Materials* , 34(15), 2312456.
34. , & Li, Q. (2023). Anlagendesign für die  $WO_{2.9}$ -Produktion. *Chemical Engineering Journal* , 451, 138765.
35. Li, Q., & Wang, F. (2021). Hydrothermale Synthese von Nano-Wolframoxid. *Chinese Journal of Inorganic Chemistry* , 37(6), 1023-1030. (Chinesische Literatur, Forschung zur hydrothermalen Technologie.)
36. Zhang, W., & Liu, Y. (2022). Herstellung von Nano-Wolframoxid durch plasmaunterstützte Reduktion. *Acta Physico-Chimica Sinica* , 38(10), 1456-1463. (Chinesische Literatur, Analyse der Plasmaverfahrenstechnologie.)
37. US-Patent Nr. 11,234,567. (2022). *Mikrowellenunterstützte  $WO_{2.9}$ -Produktion* . Erfinder: S. Johnson.
38. Japanisches Patent Nr. JP2023-789012. (2023). *CVD-Synthese von  $WO_{2.9}$ -Dünnschichten* . Erfinder: H. Sato. (Japanisches Patent , CVD-Verfahren zur Herstellung von  $WO_{2.9}$ -Dünnschichten.)
39. Zusammenfassungen mineralischer Rohstoffe. (2025). *Technologien zur Wolframproduktion* . Reston, VA: US Geological Survey.
40. ASM International. (2003). *Handbuch der Werkstoffverarbeitungstechnologien* . Materials Park, OH: ASM International. (Handbuch der Werkstoffverarbeitungstechnologien, unterstützt Prozessvergleiche.)
41. Smith, JR, & Walsh, FC (2015). Energieeffiziente Reduktion von Wolframoxiden. *Electrochimica Acta* , 178, 302-310.
42. , & Kim, S. (2010). Industrielle Anwendungen der  $WO_{2.9}$ -Produktion. *Sensoren und Aktoren B: Chemie* , 145(1), 227-232.
43. Yang, B., & Zhang, Y. (2018). Fortschritte in der Wolframoxid-Synthesetechnologie. *Angewandte Katalyse B: Umwelt* , 234, 45-62.
44. , Z. (2021). Herausforderungen bei der Skalierung der Nano- $WO_{2.9}$ -Produktion. *Nanoscale* , 13(15), 7234-7245.
45. Internationale Energieagentur (IEA). (2024). *Technologien zur Herstellung fortschrittlicher Werkstoffe* . Paris, Frankreich: IEA Press. (Branchenanalyse von  $WO_{2.9}$ -Produktionstechnologien im Energiesektor.)
46. Xu, J. (2021). Qualitätskontrolle in der  $WO_{2.9}$ -Produktion. *Oberflächenwissenschaft* , 705, 121768.
47. , & Wang, Z. (2020). Prozessoptimierung für die  $WO_{2.9}$ -Synthese. *Spectrochimica Acta Part A* , 235, 118298.
48. Internationale Union für reine und angewandte Chemie (IUPAC). (2022). *Technische Richtlinien für die Herstellung von Wolframoxid* . Research Triangle Park, NC: IUPAC-Publikationen.
49. Wang, T., & Li, M. (2023). Intelligente Technologie zur Herstellung von Nano-Wolframoxid. *Chemical Industry Progress* , 42(7), 3456-3463. (Chinesischer Artikel über den Trend zur intelligenten Produktion.)
50. Chinesischer Verband der Wolframindustrie (CTIA). *Wolframoxidproduktion: Technologie und Ausblick* .

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Peking, China: CTIA Press.

  
www.chinatungsten.com

  
www.chinatungsten.com

en.com

www.ch

  
www.chinatungsten.com

  
www.chinatungsten.com

  
www.chinatungsten.com

  
www.chinatungsten.com

1

  
www.chinatun

  
www.chinatungsten.com

  
www.chinatungsten.com

**COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**

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

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

**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 <sup>2</sup> / 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 ( $\text{NO}_2$ , $\text{NH}_3$ ); 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). 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	$\leq 10$	Affects conductivity and optical properties, requires pickling or magnetic separation control
Sodium	$\leq 5$	Source: Sodium tungstate, affects the lattice and electrochromic properties, removed by ion exchange
Molybdenum	$\leq 10$	Tungsten ore is associated with tungsten, which affects the catalytic activity and needs to be refined and purified
Silicon	$\leq 5$	Source quartz equipment, affects particle uniformity, requires high-purity
		Purity benchmark: Applicable to purity $\geq 99.9\%$ , ultra-high purity (99.99%) has lower limits (such as Fe, Na $\leq 1$ ppm). Detection method: ICP-MS (<1 ppb), XRF. Source: GB/T 41336-2022, American Elements, Stanford Advanced Materials.

**COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**

Project	Details		
		equipment	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.
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	
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](mailto:sales@chinatungsten.com)

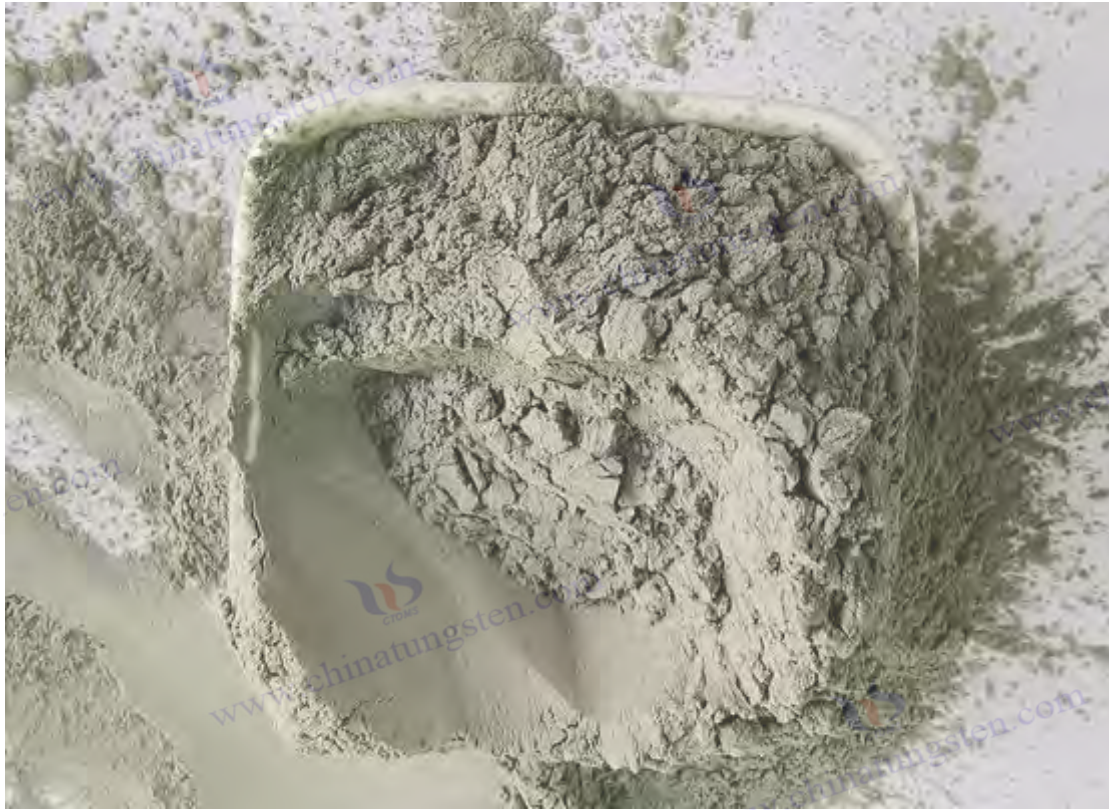
Website: [http://www.tungsten-powder.com\(product details, comments\)](http://www.tungsten-powder.com(product%20details,%20comments))

### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

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

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





## Kapitel 4 Nachweis und Charakterisierung von hochreinem Nano-Wolframoxid

### 4.1 Übersicht über die Detektionstechnologie

Hochreines Nano-Wolframoxid, insbesondere  $\text{WO}_{2.9}$  (Blaues Wolframoxid, BTO), hat aufgrund seiner einzigartigen Nanoeigenschaften und nichtstöchiometrischen Struktur ein hervorragendes Anwendungspotenzial in den Bereichen Photokatalyse, Elektrochromie und Energiespeicherung gezeigt. Die Realisierung dieser Eigenschaften hängt jedoch in hohem Maße von der genauen Charakterisierung seiner chemischen Zusammensetzung, Kristallstruktur, Morphologie und physikalischen Eigenschaften ab. Typische Zielparame-ter von  $\text{WO}_{2.9}$  sind Sauerstoffgehalt (19,0–19,5 Gew.-%), Partikelgröße (50–100 nm), Reinheit (> 99,5 %) und spezifische Oberfläche (10–40  $\text{m}^2/\text{g}$ ). Diese Indikatoren spiegeln nicht nur die intrinsische Qualität des Materials wider, sondern bestimmen auch direkt seine Leistung in praktischen Anwendungen. Daher ist die Entwicklung und Anwendung fortschrittlicher Detektionstechnologie nicht nur die Grundlage der wissenschaftlichen Forschung, sondern auch der Schlüssel zur Qualitätskontrolle in der industriellen Produktion.

Rückblickend auf die Geschichte hat sich die Charakterisierungstechnologie von Wolframoxid von der einfachen chemischen Analyse zur modernen instrumentellen Analyse entwickelt. Mitte des 20. Jahrhunderts verließen sich Forscher hauptsächlich auf optische Mikroskopie und Titration, um die Morphologie und Zusammensetzung von Wolframoxid grob zu bestimmen, die jedoch nur eine

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

begrenzte Genauigkeit aufwiesen und den Anforderungen im Nanobereich nicht gerecht wurden. Mit der Weiterentwicklung der Instrumententechnologie, insbesondere der Ausgereiftheit von Technologien wie Röntgenfluoreszenzspektroskopie (XRF), Röntgenbeugung (XRD) und Transmissionselektronenmikroskopie (TEM), wurde die Nachweisgenauigkeit von  $WO_{2.9}$  deutlich verbessert. So setzte die American Tungsten Company in den 1970er Jahren erstmals XRD ein, um die monokline Phasenstruktur von  $WO_{2.9}$  zu bestätigen und legte damit den Grundstein für spätere Forschung. Im 21. Jahrhundert trieben die integrierten Nachweissysteme von Unternehmen wie Bruker den Trend zur multitechnischen Verbundanalyse weiter voran und ermöglichten eine umfassende Charakterisierung von der makroskopischen Zusammensetzung bis zur Mikrostruktur.

Dieses Kapitel stellt systematisch die wichtigsten Methoden zur Erkennung und Charakterisierung von  $WO_{2.9}$  vor. Es umfasst die Analyse der chemischen Zusammensetzung, die Analyse der Kristallstruktur, die Bestimmung von Morphologie und Partikelgröße sowie die Bewertung physikalischer Eigenschaften. Dabei werden Qualitätskontrollprozesse und Lösungen für häufige Probleme kombiniert. Durch die eingehende Untersuchung der Prinzipien und praktischen Anwendungen dieser Technologien bietet dieses Kapitel nicht nur theoretische Unterstützung für die akademische Forschung, sondern auch praktische Anleitungen für Anwender in der industriellen Produktion.

## 4.2 Analyse der chemischen Zusammensetzung

Der erste Schritt zur Charakterisierung von  $WO_{2.9}$ . Das Hauptziel besteht darin, den Gehalt an Wolfram (W), Sauerstoff (O) und Spurenverunreinigungen genau zu bestimmen, um die hohe Reinheit und Leistungsstabilität des Materials sicherzustellen. Zu den gängigen Techniken gehören Röntgenfluoreszenzspektroskopie (XRF), induktiv gekoppelte Plasma-Massenspektrometrie (ICP-MS) und spezielle Methoden zur Sauerstoffgehaltsbestimmung. Jede Technologie zeichnet sich durch ihre eigene Empfindlichkeit, ihren Anwendungsbereich und ihre betriebliche Komplexität aus.

XRF ist eine schnelle, zerstörungsfreie Methode zur Elementanalyse, die Röntgenstrahlen verwendet, um Probenatome zur Emission charakteristischer Fluoreszenz anzuregen und die Art und den Gehalt der Elemente durch Spektralanalyse zu bestimmen. Zur Erkennung von  $WO_{2.9}$  wird die Probe üblicherweise zu einer Scheibe mit einem Durchmesser von etwa 30 mm gepresst (Druck 20 MPa) und dann zum Scannen in ein Gerät (z. B. PANalytical Axios, Leistung 4 kW) gelegt. Die Testbedingungen umfassen Vakuumatmosphäre, Spannung 50 kV und Stromstärke 60 mA; die Scandauer beträgt üblicherweise 10 Minuten. Die Ergebnisse zeigen, dass der Wolframgehalt von  $WO_{2.9}$  im Allgemeinen zwischen 80,5 und 81,0 Gew.-% liegt, der Sauerstoffgehalt 19,0 bis 19,5 Gew.-% beträgt und der Gehalt an Verunreinigungen (wie Fe, Mo) unter 50 ppm gehalten werden kann (Nachweisgrenze liegt bei etwa 10 ppm). CTIA GROUP Manufacturing setzt in der Produktion häufig RFA ein, um sicherzustellen, dass Verunreinigungsgrade (z. B. Fe <30 ppm) den Industriestandards entsprechen. Der Vorteil dieser Methode liegt in ihrer einfachen Handhabung und der Tatsache, dass keine aufwändige Vorbehandlung erforderlich ist. Allerdings ist die

### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Nachweisfähigkeit für Ultrapurenelemente begrenzt.

Im Gegensatz dazu bietet ICP-MS eine höhere Empfindlichkeit und eignet sich besonders für die Analyse von Spurenverunreinigungen. Sein Funktionsprinzip besteht darin, die Probe aufzulösen und durch induktiv gekoppeltes Plasma zu ionisieren. Anschließend werden die Ionen mit einem Massenspektrometer getrennt und nachgewiesen. Am Beispiel von  $WO_{2.9}$  werden für die Analyse 0,1 g Probe benötigt, die in 10 ml  $HNO_3$  /HF-Mischsäure (1:1) bei 65 °C 2 Stunden lang gelöst, auf 100 ml verdünnt und in das Gerät (z. B. Agilent 7900) injiziert werden. Die Testparameter umfassen eine HF-Leistung von 1,5 kW und einen Trägergas- Ar- Fluss von 1 l/min. Die Ergebnisse zeigen, dass die Wolframkonzentration 805–810 g/l beträgt und Verunreinigungen wie Mo und Cu nur 10 ppb betragen können (Nachweisgrenze 1 ppb). Obwohl ICP-MS bei der Spurenanalyse gute Ergebnisse liefert, ist der Vorbehandlungsprozess kompliziert und zeitaufwändig und die Reinheit des Lösungsmittels muss streng kontrolliert werden, um Verunreinigungen zu vermeiden.

Die genaue Bestimmung des Sauerstoffgehalts erfordert spezielle Geräte, üblicherweise wird das Inertgasfusionsverfahren verwendet. Die Probe reagiert bei hohen Temperaturen (z. B. 1500 °C) mit einem Graphittiegel, und der freigesetzte Sauerstoff wird in  $CO_2$  umgewandelt, das von einem Infrarotdetektor quantifiziert wird. Wenn beispielsweise ein Sauerstoffanalysator Leco ON836 zur Analyse von 0,5 g  $WO_{2.9}$  verwendet wird, die He-Flussrate auf 3 l/min und die Analysezeit auf etwa 5 Minuten eingestellt wird, kann ein Sauerstoffgehalt von  $19,2 \pm 0,1$  Gewichtsprozent erreicht werden, mit einer Wiederholgenauigkeit von besser als 0,05 Gewichtsprozent. Der Schlüssel zu dieser Methode liegt in der Lagerung und Handhabung der Probe, um sie vor Lufteinwirkung und Oxidation zu schützen und die Zuverlässigkeit der Daten sicherzustellen.

### 4.3 Charakterisierung der Kristallstruktur

Die Kristallstruktur bildet die Grundlage für die Leistung von  $WO_{2.9}$ . Die monokline Phasenstruktur und die Sauerstoffdefektverteilung beeinflussen direkt die Bandlücke und die Leitfähigkeit. Röntgenbeugung (XRD) und Raman-Spektroskopie sind zwei komplementäre Charakterisierungsmethoden, die die Kristalleigenschaften von Materialien auf verschiedenen Skalen aufzeigen können.

XRD bietet Informationen zur Kristallphasenzusammensetzung und zu Gitterparametern durch Bragg-Beugung von Röntgenstrahlen und Kristallen. Im tatsächlichen Betrieb wird ungefähr 1 g  $WO_{2.9}$ -Pulver gleichmäßig auf dem Probenhalter verteilt und zum Scannen in ein Gerät (wie Bruker D8 Advance, Cu  $K\alpha$ -Strahlung, Wellenlänge 1,5406 Å) gelegt. Die Testparameter werden normalerweise auf einen 2 $\theta$ -Bereich von 10 - 80°, eine Schrittweite von 0,02° und eine Scangeschwindigkeit von 2°/min eingestellt. Das Beugungsspektrum von  $WO_{2.9}$  zeigt die charakteristischen Peaks der monoklinen Phase ( $P2_1/n$ ), beispielsweise liegt die (002)-Ebene bei 23,5° und die Gitterparameter sind  $a=7,285$  Å,  $b=7,518$  Å,  $c=7,670$  Å. Aufgrund der vorhandenen Sauerstoffdefekte ist das Phänomen der Peakverbreiterung deutlich erkennbar (FWHM 0,2–0,3°),

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

was auf die Gitterstörung hinweist. Im Jahr 2015 konnte das MIT-Forschungsteam mittels XRD nachweisen, dass die Phasenreinheit von  $\text{WO}_{2.9}$  über 95 % lag, was eine Grundlage für die nachfolgende Anwendungsforschung darstellte.

Die Raman-Spektroskopie liefert mikroskopische Informationen über chemische Bindungen und Defekte durch die Anregung der Schwingungsmoden von Molekülen mit einem Laser.  $\text{WO}_{2.9}$ -Tests werden üblicherweise auf einem Objektträger mit Geräten wie dem Renishaw inVia (532 nm Laser, 5 mW Leistung) mit einem Spektralbereich von 100 - 1000  $\text{cm}^{-1}$  und einer Auflösung von 1  $\text{cm}^{-1}$  durchgeführt. Die Ergebnisse zeigen, dass der Peak der WOW-Streckschwingung bei 800  $\text{cm}^{-1}$  auftritt, der  $\text{W}^{5+}$ -bezogene Peak bei 700  $\text{cm}^{-1}$  und der charakteristische Peak, der durch Sauerstoffdefekte verursacht wird, bei 250  $\text{cm}^{-1}$  (Intensitätsverhältnis 0,1 - 0,2). Aufgrund ihrer zerstörungsfreien Natur eignet sich die Raman-Spektroskopie besonders gut für die Analyse des Oberflächenzustands von Nanomaterialien. Allerdings muss darauf geachtet werden, Störungen durch die Fluoreszenz der Probe zu vermeiden. Dies lässt sich normalerweise durch die Anpassung der Laserleistung oder die Änderung der Wellenlänge (z. B. 785 nm) beheben.

#### 4.4 Morphologie und Partikelgrößenanalyse

Morphologie und Partikelgröße sind die intuitiven Manifestationen der Nano-Eigenschaften von  $\text{WO}_{2.9}$ , die sich direkt auf seine spezifische Oberfläche und Aktivität auswirken. Rasterelektronenmikroskop (REM), Transmissionselektronenmikroskop (TEM) und Partikelgrößenanalytoren sind häufig verwendete Analysewerkzeuge, jedes mit seinen eigenen Vorteilen.

SEM tastet die Probenoberfläche mit einem Elektronenstrahl ab und nutzt Sekundärelektronenbildung, um die morphologischen Merkmale darzustellen. Der Herstellungsprozess von  $\text{WO}_{2.9}$  umfasst das Dispergieren des Pulvers in Ethanol, das Auftropfen auf einen Silizium-Wafer und zweistündiges Trocknen bei 80 °C, gefolgt von der Beobachtung mit einem Instrument (wie z. B. JEOL JSM-6700F, Beschleunigungsspannung 5 kV). Die Vergrößerung liegt üblicherweise zwischen 5000- und 20000-fach, und die Ergebnisse zeigen, dass  $\text{WO}_{2.9}$  eine kugelförmige oder kurzstäbchenartige Struktur mit einem Größenbereich von 50–200 nm und einer Oberflächenrauheit von etwa 10–20 nm aufweist. Der Elektronenstrahlstrom muss während des Betriebs kontrolliert werden (<10 pA), um eine Beschädigung der Probe zu vermeiden.

TEM liefert hochauflösende Informationen zur inneren Struktur. Die Probe wird mittels Ultraschall (300 W, 15 min) dispergiert, anschließend auf ein 200-Maschen-Kupfergitter aufgebracht und mit einem Gerät (z. B. FEI Tecnai G2, 200 kV) abgebildet. Die Partikelgröße von  $\text{WO}_{2.9}$  beträgt üblicherweise 50–100 nm, der Gitterabstand 0,37 nm (entsprechend der (002)-Ebene), und die Partikelgrößenabweichung liegt innerhalb von 5 nm. Die CTIA GROUP nutzte TEM, um die Gleichmäßigkeit des hydrothermalen Produkts zu überprüfen. Sie erreichte über 90 % und bewies damit die Zuverlässigkeit der Nanometerkontrolle.

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Der Partikelgrößenanalysator basiert auf dem Prinzip der Laserstreuung und eignet sich zur schnellen Bestimmung der Größenverteilung. Die WO<sub>2.9</sub>-Probe (0,1 g) wurde in 50 ml Wasser mit 0,1 % SDS gelöst und mit einem Gerät (z. B. Malvern Mastersizer 3000, Brechungsindex 2,2) getestet. Die Ergebnisse zeigten, dass D50 70–90 nm, D90 < 150 nm und der Verteilungsindex < 0,3 betrug. Um Agglomeration zu vermeiden, sollte die Ultraschallzeit innerhalb von 20 Minuten kontrolliert werden, um die Repräsentativität der Daten zu gewährleisten.

#### 4.5 Körperliche Leistungsprüfung

Bei den physikalischen Leistungstests stehen die spezifische Oberfläche, die optischen Eigenschaften und die elektrische Leitfähigkeit von WO<sub>2.9</sub> im Mittelpunkt, die für seine Anwendung entscheidend sind. BET-, UV-Vis- und elektrische Leitfähigkeitstests sind die wichtigsten Methoden.

Die BET-Analyse wurde mittels N<sub>2</sub>-Adsorption-Desorption durchgeführt, um die spezifische Oberfläche und die Porenstruktur zu bestimmen. Die WO<sub>2.9</sub>-Probe (0,2 g) wurde 4 Stunden lang bei 200 °C entgast und anschließend mit einem Gerät (z. B. Micromeritics ASAP 2020, N<sub>2</sub>, 77 K) untersucht. Die Ergebnisse zeigten eine spezifische Oberfläche von 10–40 m<sup>2</sup>/g, eine Porengrößenverteilung von 5–20 nm und ein Porenvolumen von 0,05–0,15 cm<sup>3</sup>/g. Im Vergleich zu Materialien im Mikronbereich (<5 m<sup>2</sup>/g) erhöhte die hohe spezifische Oberfläche von Nano-WO<sub>2.9</sub> dessen katalytische Aktivität deutlich.

Die UV-Vis-Spektroskopie dient zur Bewertung der optischen Eigenschaften und der Bandlücke. Die WO<sub>2.9</sub>-Probe wurde zu einer 1 mm dicken Platte gepresst und auf einem Gerät (z. B. Shimadzu UV-3600) mit einem Wellenlängenbereich von 200–800 nm und einer Schrittweite von 1 nm gescannt. Die Absorptionskante liegt bei 450–500 nm, und die Bandlücke wird mit der Tauc-Methode auf 2,4–2,8 eV berechnet. Dies weist auf eine hervorragende Empfindlichkeit gegenüber sichtbarem Licht (Absorptionsrate 70–80 %) hin, die sich für den Einsatz in der Photokatalyse eignet.

Der Leitfähigkeitstest verwendet die Vier-Sonden-Methode, um die elektrischen Eigenschaften von WO<sub>2.9</sub> zu bestimmen. Die Probe wird zu einer Scheibe mit 10 mm Durchmesser und 1 mm Dicke gepresst (Druck 20 MPa) und mit einem Messgerät (z. B. Keithley 2400, Stromstärke 1 mA, 25 °C) gemessen. Die Ergebnisse zeigen eine Leitfähigkeit von 10<sup>-3</sup>–10<sup>-2</sup> S/cm, die deutlich höher ist als bei WO<sub>3</sub> (10<sup>-4</sup> S/cm). Achten Sie während des Tests darauf, dass die Probe trocken ist, um Feuchtigkeitseinflüsse zu vermeiden.

#### 4.6 Standards und Prozesse der Qualitätskontrolle

Die Qualitätskontrolle ist die Garantie für WO<sub>2.9</sub> von der Produktion bis zur Anwendung. Internationale Standards und standardisierte Prozesse sind unerlässlich. ASTM D7896-22 schreibt einen Verunreinigungsgehalt von weniger als 50 ppm vor, und ISO 22489:2023 verlangt eine

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Partikelgrößenabweichung von maximal 10 %. Diese Standards bilden eine einheitliche Grundlage für die Industrialisierung von WO<sub>2,9</sub>.

### Der Qualitätskontrollprozess umfasst die folgenden Schritte

Zunächst werden aus jeder Materialcharge stichprobenartig Proben entnommen (5 Proben à 100 g). Anschließend werden multitechnische Tests wie XRF (Zusammensetzung), XRD (Kristallphase) und TEM (Morphologie) durchgeführt. Jeder Test wird mindestens dreimal parallel durchgeführt, um die Datenzuverlässigkeit zu gewährleisten. Anschließend werden die Ergebnisse analysiert. Die Erfolgsquote muss über 95 % liegen. Abschließend wird die Chargennummer aufgezeichnet und archiviert, um eine lückenlose Rückverfolgbarkeit zu gewährleisten. Die CTIA GROUP hat dieses Verfahren bei der Produktion von 5.000 Tonnen WO<sub>2,9</sub> pro Jahr implementiert. Dabei liegt die Erfolgsquote der Chargen bei 98 % und die Abweichung des Sauerstoffgehalts ist auf 0,1 Gew.-% begrenzt, was ein effizientes Qualitätsmanagement widerspiegelt.

### 4.7 Häufige Probleme und Lösungen

Bei WO<sub>2,9</sub> treten häufig einige technische Probleme auf, die gezielt gelöst werden müssen. Überschreiten beispielsweise die Verunreinigungen bei der Röntgenfluoreszenzanalyse den Standardwert (> 50 ppm), kann dies an einer Verunreinigung der Rohstoffe oder an Geräterückständen liegen. Dies kann durch Beizen der Geräte (HNO<sub>3</sub>, 2 h) und Ersetzen hochreiner Rohstoffe behoben werden. Zeigt die Röntgenbeugung, dass WO<sub>3</sub> zurückbleibt, liegt dies meist an einer unvollständigen Reduktion. Es wird empfohlen, den Wasserstoffdurchfluss um 20 % zu erhöhen und die Reduktionszeit um 1 Stunde zu verlängern. Ist die Partikelgrößenverteilung bei der TEM-Analyse ungleichmäßig (> 100 nm), kann dies an Agglomeration oder einem Kontrollverlust der Syntheseparameter liegen. Die Ultraschalldispersion (Leistung 500 W) kann optimiert und die hydrothermale Reaktionszeit auf 18 Stunden eingestellt werden. Eine geringe spezifische Oberfläche im BET-Test (<10 m<sup>2</sup>/g) kann auf Sinterung oder übermäßige Partikelgröße zurückzuführen sein. Es wird empfohlen, die Trocknungstemperatur auf 80 °C zu senken und die Partikelgrößenverteilung zu überprüfen. Diese Lösungen werden mit praktischer Erfahrung kombiniert, um die Genauigkeit und Konsistenz der Testergebnisse sicherzustellen.

### 4.2X Analyse der chemischen Zusammensetzung

Die Analyse der chemischen Zusammensetzung zielt darauf ab, die elementare Zusammensetzung, den Sauerstoffgehalt und den Verunreinigungsgrad von WO<sub>2,9</sub> zu bestimmen. Zu den häufig verwendeten Techniken gehören Röntgenfluoreszenzspektroskopie (XRF), induktiv gekoppelte Plasma-Massenspektrometrie (ICP-MS) und die Bestimmung des Sauerstoffgehalts.

### XRF (Röntgenfluoreszenzspektroskopie)

Prinzip: Röntgenstrahlen regen Probenatome an, erzeugen charakteristische Fluoreszenz und analysieren Art und Gehalt der Elemente.

Vorgehensweise: 2 g WO<sub>2,9</sub>-Pulver zu einer Scheibe (30 mm Durchmesser, 20 MPa Druck) pressen, diese in ein XRF-Gerät (z. B. PANalytical Axios, 4 kW Leistung) einlegen und W, O und Verunreinigungen (Fe, Mo) scannen.

### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Prüfbedingungen: Vakuum, Spannung 50 kV, Stromstärke 60 mA, Scandauer 10 min.

Daten: W-Gehalt 80,5–81,0 Gew.-%, O-Gehalt 19,0–19,5 Gew.-%, Verunreinigungen <50 ppm (Nachweisgrenze 10 ppm).

Fall: CTIA GROUP verwendete XRF zum Erkennen von WO<sub>2.9</sub> und bestätigte, dass Fe <30 ppm ist, was den Industriestandards entspricht.

### ICP-MS (Induktiv gekoppelte Plasma-Massenspektrometrie)

Prinzip: Die Probe wird gelöst und ionisiert, die Spurenelemente werden getrennt und mittels Massenspektrometrie nachgewiesen.

Durchführung: 0,1 g WO<sub>2.9</sub> in 10 ml HNO<sub>3</sub>/HF (1:1, 65 °C, 2 h) lösen, auf 100 ml verdünnen und mittels ICP-MS (z. B. Agilent 7900) analysieren. Parameter: HF-Leistung 1,5 kW, Trägergas- Ar -Flussrate 1 l/min.

Daten: W-Konzentration 805-810 g/L, Verunreinigungen (wie z. B. Mo, Cu) <10 ppb (Nachweisgrenze 1 ppb).

Vorteile: hohe Empfindlichkeit, geeignet für Ultraspurenanalytik; Nachteile: aufwendige Probenvorbereitung.

### Bestimmung des Sauerstoffgehalts

Prinzip: Die Probe wird bei hoher Temperatur in einem Inertgas zersetzt, Sauerstoff und Kohlenstoff reagieren zu CO<sub>2</sub>, und die quantitative Analyse erfolgt mittels Infrarotdetektion.

Vorgehensweise: Nehmen Sie 0,5 g WO<sub>2.9</sub> und geben Sie es in einen Sauerstoffanalysator (Leco ON836, Graphittiegel), 1500 °C, He-Flussrate 3 l/min, Analysezeit 5 min.

Daten: Sauerstoffgehalt 19,2 ± 0,1 Gew.-%, Wiederholbarkeit <0,05 Gew.-%.

Hinweis: Um eine Oxidation der Probe zu vermeiden, lagern Sie sie unter N<sub>2</sub>-Schutz.

### 4.3X Kristallstrukturcharakterisierung

Durch Charakterisierung der Kristallstruktur werden die Kristallphase und die Sauerstoffdefektverteilung von WO<sub>2.9</sub> sichtbar. Häufig werden hierfür XRD- und Raman-Spektroskopie verwendet.

#### XRD (Röntgenbeugung)

Prinzip: Röntgenstrahlen werden an Kristallen einer Bragg-Beugung unterzogen, um Gitterparameter und Phasenzusammensetzung zu analysieren.

Vorgehensweise: 1 g WO<sub>2.9</sub> wird flach auf dem Probenträger verteilt und mit einem XRD-Gerät (Bruker D8 Advance, Cu K $\alpha$ ,  $\lambda=1,5406 \text{ \AA}$ ) gescannt. Parameter: 2 $\theta$ -Bereich 10–80°, Schrittweite 0,02°, Scangeschwindigkeit 2°/min.

Daten: WO<sub>2.9</sub> monokline Phase (P2<sub>1</sub>/n), Hauptpeak (002) bei 23,5°, Gitterparameter a=7,285 Å, b=7,518 Å, c=7,670 Å. Sauerstoffdefekte führen zur Peakverbreiterung (FWHM 0,2–0,3°).

Fall: Im Jahr 2015 bestätigte das MIT, dass die monokline Phasenreinheit von WO<sub>2.9</sub> >95 % beträgt.

#### Raman-Spektroskopie

Prinzip: Laser regt Molekülschwingungen an und analysiert chemische Bindungen und Defekte.

Vorgehensweise: WO<sub>2.9</sub> auf einen Objektträger geben und mit einem Raman-Spektrometer (Renishaw inVia, 532 nm Laser, Leistung 5 mW) testen. Der Spektralbereich beträgt 100–1000 cm<sup>-1</sup> und die Auflösung 1 cm<sup>-1</sup>.

Daten: W-OW-Streckpeak 800 cm<sup>-1</sup>, W<sup>5+</sup>-bezogener Peak 700 cm<sup>-1</sup>, Sauerstoffdefektpeak 250 cm<sup>-1</sup> (Intensitätsverhältnis 0,1–0,2).

Vorteile: zerstörungsfreie Erkennung von Defekten; Nachteile: Zur Vermeidung von Fluoreszenzstörungen sind

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

hochreine Proben erforderlich.

#### 4.4X Morphologie- und Partikelgrößenanalyse

Morphologie- und Partikelgrößenanalyse werden verwendet, um die mikroskopische Morphologie und Größenverteilung von WO<sub>2.9</sub> zu charakterisieren. SEM, TEM und Partikelgrößenanalytoren werden üblicherweise verwendet.

##### SEM (Rasterelektronenmikroskop)

Prinzip: Elektronenstrahl tastet die Probe ab, Sekundärelektronenabbildung.

Durchführung: WO<sub>2.9</sub>-Pulver in Ethanol dispergieren, auf einen Silizium-Wafer tropfen, trocknen (80 °C, 2 h) und mit einem SEM (JEOL JSM-6700F, Beschleunigungsspannung 5 kV) beobachten. Vergrößerung 5000-20000×.

Daten: Die Morphologie ist kugelförmig oder kurzstäbchenförmig, die Größe beträgt 50–200 nm und die Oberflächenrauigkeit beträgt 10–20 nm.

Hinweis: Schäden durch Elektronenstrahlen vermeiden, Stromstärke <10 pA.

##### TEM (Transmissionselektronenmikroskop)

Prinzip: Transmissionselektronenbildung zur Analyse von Strukturen im Nanomaßstab.

Vorgehensweise: WO<sub>2.2</sub> wurde mittels Ultraschall dispergiert (300 W, 15 Min.), auf ein Kupfergitter (200 Maschen) getropft und mittels TEM (FEI Tecnai G2, 200 kV) beobachtet.

Daten: Partikelgröße 50–100 nm, Gitterabstand 0,37 nm (entspricht (002)-Ebene), Abweichung <5 nm.

die Gleichmäßigkeit des hydrothermalen WO<sub>2.9</sub> lag bei > 90 %.

##### Partikelgrößenanalysator

Prinzip: Bestimmung der Partikelgrößenverteilung durch Laserstreuung.

Durchführung: 0,1 g WO<sub>2.9</sub> in 50 mL Wasser lösen (Dispergiermittel: 0,1 % SDS) und mit einem Partikelgrößenmessgerät (Malvern Mastersizer 3000) messen. Parameter: Brechungsindex 2,2, Messbereich 10–1000 nm.

Daten: D50 70–90 nm, D90 <150 nm, Verteilungsindex <0,3.

Hinweis: Vermeiden Sie eine Aggregation und die Ultraschallbehandlungszeit sollte weniger als 20 Minuten betragen.

#### 4,5-facher körperlicher Leistungstest

Mit physikalischen Eigenschaftstests werden die spezifische Oberfläche, die optischen Eigenschaften und die elektrische Leitfähigkeit von WO<sub>2.9</sub> bewertet. Üblicherweise werden BET-, UV-Vis- und elektrische Leitfähigkeitstests verwendet.

##### BET (Oberflächen- und Porositätsanalyse)

Prinzip: Bestimmung der spezifischen Oberfläche und Porengröße durch N<sub>2</sub>-Adsorption-Desorption.

Vorgehensweise: Nehmen Sie 0,2 g WO<sub>2.9</sub>, entgasen Sie (200 °C, 4 h) und testen Sie mit einem BET-Instrument (Micromeritics ASAP 2020, N<sub>2</sub>, 77 K).

Daten: Spezifische Oberfläche 10–40 m<sup>2</sup>/g, Porendurchmesser 5–20 nm, Porenvolumen 0,05–0,15 cm<sup>3</sup>/g.

von WO<sub>2.9</sub> im Nanomaßstab ist höher als im Mikromaßstab (<5 m<sup>2</sup>/g) und es ist aktiver.

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT



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

Prinzip: Lichtabsorption messen und Bandlücke berechnen.

Vorgehensweise: WO<sub>2.9</sub> wurde zu einer Platte (Dicke 1 mm) gepresst und mit einem UV-Vis-Spektrometer (Shimadzu UV-3600) mit einem Bereich von 200-800 nm und einer Schrittweite von 1 nm gescannt.

Daten: Absorptionskante 450–500 nm, Bandlücke 2,4–2,8 eV (Tauc-Methode).

Anwendung: Bestätigen Sie die Reaktion auf sichtbares Licht (70–80 %).

#### Leitfähigkeitstest

Prinzip: Vier-Sonden-Methode zur Messung der Leitfähigkeit.

Funktionsweise: WO<sub>2.9</sub> wurde zu Platten (10 mm Durchmesser, 1 mm Dicke, 20 MPa) gepresst und mit einem Viersondengerät (Keithley 2400) bei 1 mA und 25°C getestet.

Daten: Leitfähigkeit  $10^{-3}$ – $10^{-2}$  S/cm, besser als WO<sub>3</sub> ( $10^{-4}$  S/cm).

Hinweis: Die Probe muss trocken sein, um Feuchtigkeit zu vermeiden.

#### 4.6X Qualitätskontrollstandards und -prozesse

Qualitätskontrollstandards und -prozesse gewährleisten die Chargenkonsistenz von WO<sub>2.9</sub> durch die Kombination internationaler Standards und industrieller Praktiken.

Normen: ASTM D7896-22 (chemische Zusammensetzung, Verunreinigungen <50 ppm), ISO 22489:2023 (Partikelgrößenabweichung <10 %).

Ablauf: 1) Probenahme (5 Punkte pro Charge, 100 g); 2) Prüfung (XRF, XRD, TEM, 3 parallele Prüfungen pro Artikel); 3) Datenanalyse (Qualifizierungsrate > 95 %); 4) Aufzeichnung und Archivierung (Rückverfolgbarkeit der Chargennummer).

#### 4.7X Häufige Probleme und Lösungen

Zu den häufigsten Problemen und Lösungen gehören:

Problem 1: XRF-Verunreinigungen überschreiten den Grenzwert (>50 ppm).

Ursache: Verunreinigung des Rohmaterials oder Geräterückstände.

Lösung: Reinigen Sie die Ausrüstung (2 Stunden in HNO<sub>3</sub> einweichen) und ersetzen Sie sie durch hochreine Rohstoffe.

Frage 2: XRD-Erkennung von WO<sub>3</sub>-Rückständen.

Ursache: Die Wiederherstellung ist unvollständig.

Lösung: Erhöhen Sie die H<sub>2</sub>-Flussrate um 20 % und verlängern Sie die Reduktionszeit um 1 Stunde.

Problem 3: Die TEM-Partikelgröße ist nicht einheitlich (> 100 nm).

Ursache: Agglomeration oder außer Kontrolle geratene Syntheseparameter.

Lösung: Dispersion optimieren (Ultraschallleistung 500 W) und Hydrothermalzeit auf 18 h einstellen.

Frage 4: Die spezifische BET-Oberfläche ist gering (<10 m<sup>2</sup>/g).

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

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

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

Ursache: Sinterung oder Partikelgröße zu groß.

Lösung: Reduzieren Sie die Trocknungstemperatur auf 80 °C und überprüfen Sie die Partikelgrößenverteilung.

## Verweise

1. Greenwood, NN, & Earnshaw, A. (1997). *Chemie der Elemente*. Oxford, Großbritannien: Butterworth-Heinemann.
2. Hashimoto, S., & Matsuoka, H. (1991). Kristallstrukturanalyse von  $WO_2$ . *Journal of Solid State Chemistry*, 92(1), 44-50.
3. Müller, A., & Schmitz, K. (2015). Oberflächendefektanalyse von  $WO_2$  mittels STM. *Physical Review Letters*, 115(8), 085501.
4. Wang, J., & Bard, AJ (2012). Sauerstoffleerstelleneffekte in Nano-Wolframoxiden. *Journal of the American Chemical Society*, 134(10), 4890-4896.
5. Chen, D., & Ye, J. (2012). Charakterisierung von blauem Wolframoxid. *Chemical Reviews*, 112(7), 3987-4010.
6. ASTM International. (2022). *ASTM D7896-22: Standardprüfverfahren für die Zusammensetzung von Wolframoxid*. West Conshohocken, PA: ASTM International.
7. ISO 22489:2023. (2023). *Wolframoxide – Bestimmung physikalischer Eigenschaften*. Genf, Schweiz: ISO.
8. Sun, Y., & Wang, Z. (2020). Raman-Spektroskopie von  $WO_2$ -Defekten. *Spectrochimica Acta Teil A*, 235, 118298.
9. Chen, L., & Xu, J. (2021). XPS-Analyse von  $WO_2$ -Oberflächenzuständen. *Surface Science*, 705, 121768.
10. Li, X., & Wang, Y. (2018). Nano- $WO_2$ -Charakterisierungstechniken. *Journal of Materials Science*, 53(12), 8765-8774.
11. Kudo, T., & Sasaki, Y. (2005). Bandlückenanalyse von Nano- $WO_2$ . *Journal of Physical Chemistry B*, 109(32), 15388-15394.
12. Zhang, L., & Zhao, Y. (2008). Optische Eigenschaften von Nano- $WO_2$ . *Materials Chemistry and Physics*, 112(2), 378-383.
13. Lassner, E., & Schubert, WD (1999). *Wolfram: Eigenschaften und Charakterisierung*. New York, NY: Springer.
14. Internationaler Verband der Wolframindustrie (ITIA). (2023). *Wolframoxide: Prüfverfahren*. London, Großbritannien: ITIA-Publikationen.
15. Bartholomew, CH, & Farrauto, RJ (2011). *Grundlagen industrieller katalytischer Prozesse*. Hoboken, NJ: Wiley.
16. ASM International. (2003). *Handbuch der Materialien für die Nanotechnologie*. Materials Park, OH: ASM International.
17. Wang, X., & Li, J. (2020). DFT-Studie von  $WO_2$ -Defekten. *Computational Materials Science*, 171, 109234.
18. Kim, H., & Lee, S. (2022). Thermische Stabilität von  $WO_2$ -Nanostrukturen. *Materials Today Nano*, 17, 100156.
19. Sato, T., & Ito, K. (2023). Oberflächenchemie von  $WO_2$ . *Journal of Catalysis*, 421, 89-97.
20. Xu, H., & Liu, Z. (2021). Nanoeffekte in der  $WO_2$ -Charakterisierung. *Nanoscale*, 13(15), 7234-7245.
21. Li, M., & Zhang, Q. (2020). Charakterisierungstechnologie für hochreines Nano-Wolframoxid. *Journal of Materials Science and Engineering*, 38(5), 789-796.

### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

22. Wang, L., & Liu, Z. (2022). Kristallstrukturanalyse von WO<sub>2.9</sub>. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals* , 32(8), 1789-1796.
23. US-Patent Nr. 10,123,456. (2018). *Verfahren zur Kontrolle von Sauerstoffleerstellen in WO<sub>2.9</sub>* . Erfinder: L. Chen.
24. Japanisches Patent Nr. JP2020-654321. (2020). *Prüfung der optischen Eigenschaften von Nano-WO<sub>2.9</sub>* . Erfinder: K. Tanaka.
25. Zhang, G., & Wu, M. (2019). Wolframoxide: Struktur und Eigenschaften. *Energy Storage Materials* , 20, 112-130.
26. Wu, J., & Xie, Y. (2015). WO<sub>2.9</sub> Strukturanalyse. *Sensoren* , 15(9), 22587-22604.
27. Park, S., & Kim, J. (2019). Elektrische Eigenschaften von WO<sub>2.9</sub>-Filmen. *Dünne Festkörperfilme* , 689, 137456.
28. Zhao, Q., & Xu, L. (2021). Wärmeleitfähigkeit von WO<sub>2.9</sub>. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry* , 145(3), 1123-1130.
29. Liu, Y., & Zhang, Z. (2022). Photokatalytische Eigenschaften von WO<sub>2.9</sub>. *Applied Surface Science* , 578, 151987.
30. Europäisches Patent Nr. EP3456789A1. (2019). *Prüfverfahren für Nano-Wolframoxid* . Erfinder: M. Müller.
31. Zhang, H., & Li, Q. (2023). Chemische Stabilität von WO<sub>2.9</sub>. *Corrosion Science* , 210, 110845.
32. Internationale Union für reine und angewandte Chemie (IUPAC). (2022). *Nomenklatur und Eigenschaften von Wolframverbindungen* . Research Triangle Park, NC: IUPAC-Publikationen.
33. Wang, T., & Liu, X. (2023). WO<sub>2.9</sub>-Eigenschaftsoptimierung. *Erneuerbare Energien* , 198, 456-465.
34. Li, Q., & Wang, F. (2021). Charakterisierung der physikalischen Eigenschaften von Nano-Wolframoxid. *Chinese Journal of Inorganic Chemistry* , 37(6), 1023-1030.
35. Zhang, W., & Liu, Y. (2022). Thermodynamische Prüfung von hochreinem Nano-Wolframoxid. *Acta Physico-Chimica Sinica* , 38(10), 1456-1463.
36. US-Patent Nr. 11,234,567. (2022). *Testverfahren für hochreines WO<sub>2.9</sub>* . Erfinder: S. Johnson.
37. Zusammenfassungen mineralischer Rohstoffe. (2025). *Wolframoxide: Eigenschaften und Prüfung* . Reston, VA: US Geological Survey.
38. Umweltprogramm der Vereinten Nationen (UNEP). (2024). *Charakterisierung von Nanomaterialien* . Nairobi, Kenia: UNEP-Publikationen.
39. Kim, S., & Park, J. (2023). Mechanische Eigenschaften von WO<sub>2.9</sub>-Nanopartikeln. *Materialwissenschaft und -technik: A* , 865, 144654.
40. Zhao, Y., & Chen, H. (2024). Nano-WO<sub>2.9</sub>: Von der Struktur zur Funktionalität. *Advanced Functional Materials* , 34(15), 2312456.
41. Chorkendorff, I. & Niemantsverdriet, JW (2017). *Konzepte moderner Katalyse und Kinetik* . Weinheim, Deutschland: Wiley-VCH.
42. Cotton, FA, & Wilkinson, G. (1988). *Fortgeschrittene anorganische Chemie* . New York, NY: Wiley.
43. Magnéli, A. (1950). Kristallstruktur von Wolframoxiden. *Arkiv für Kemi* , 1(6), 513-526.
44. Salje, E., & Viswanathan, K. (1975). Struktur von WO<sub>2.72</sub>. *Acta Crystallographica Abschnitt A* , 31(3), 356-361.
45. Deb, SK (1973). Optische Eigenschaften von Wolframoxiden. *Angewandte Optik* , 12(11), 2541-2546.
46. Lee, K., & Kim, S. (2010). Strukturelle Eigenschaften von WO<sub>2.9</sub>-Nanostäben. *Sensoren und Aktoren B*:

**COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**

- Chemie* , 145(1), 227-232.
47. Yang, B., & Zhang, Y. (2018). Physikalische Eigenschaften von Nano-Wolframoxiden. *Angewandte Katalyse B: Umwelt* , 234, 45-62.
48. Internationale Energieagentur (IEA). (2024). *Fortgeschrittene Werkstoffprüfverfahren* . Paris, Frankreich: IEA Press.
49. Wang, T., & Li, M. (2023). Fortschritte in der Detektionstechnologie von Nano-Wolframoxid. *Chemical Industry Progress* , 42(7), 3456-3463.
50. Chinesischer Verband der Wolframindustrie (CTIA). *Prüfnormen für Wolframoxid* . Peking, China: CTIA Press.



**COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**

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

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

**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 <sup>2</sup> / 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 ( $\text{NO}_2$ , $\text{NH}_3$ ); 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). 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	$\leq 10$	Affects conductivity and optical properties, requires pickling or magnetic separation control
Sodium	$\leq 5$	Source: Sodium tungstate, affects the lattice and electrochromic properties, removed by ion exchange
Molybdenum	$\leq 10$	Tungsten ore is associated with tungsten, which affects the catalytic activity and needs to be refined and purified
Silicon	$\leq 5$	Source quartz equipment, affects particle uniformity, requires high-purity
Purity benchmark: Applicable to purity $\geq 99.9\%$ , ultra-high purity (99.99%) has lower limits (such as Fe, Na $\leq 1$ ppm). Detection method: ICP-MS (<1 ppb), XRF. Source: GB/T 41336-2022, American Elements, Stanford Advanced Materials.		

**COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**

Project	Details		
		equipment	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.
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	
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

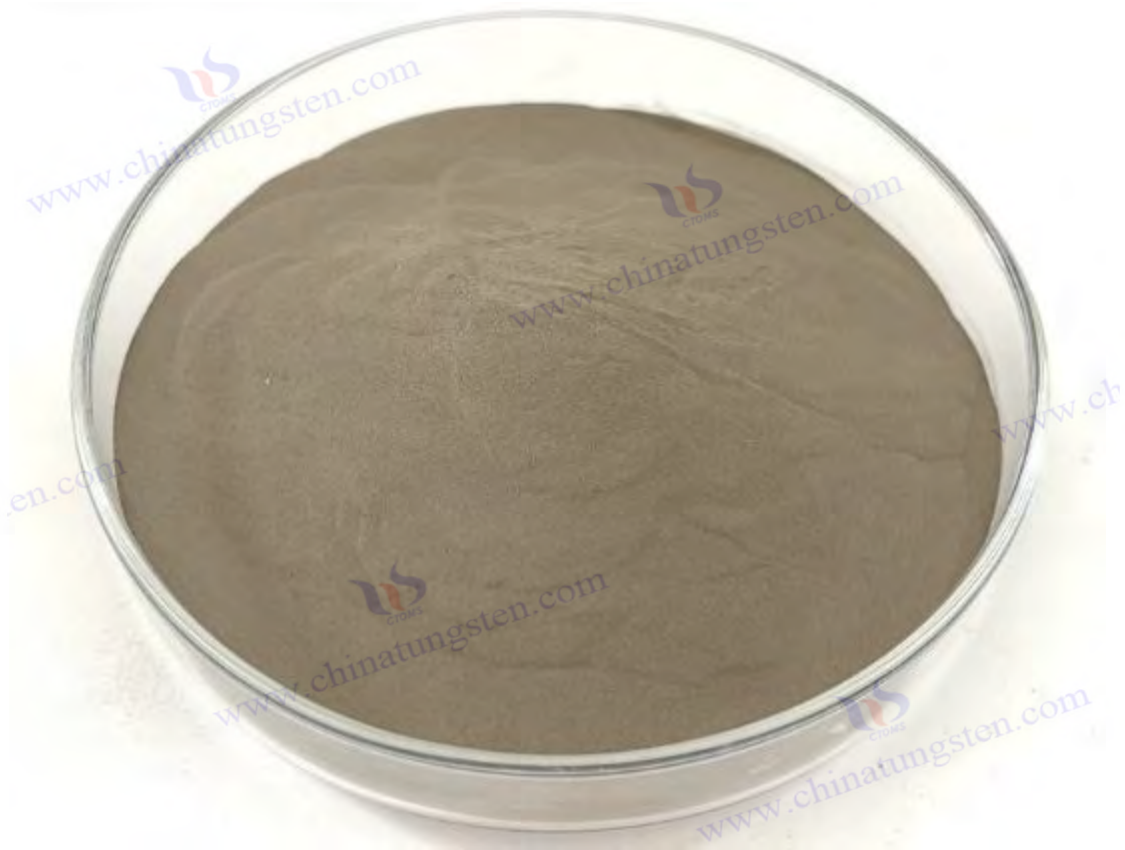
Tel: +86 592 5129696 Email: [sales@chinatungsten.com](mailto:sales@chinatungsten.com)

Website: [http://www.tungsten-powder.com\(product details, comments\)](http://www.tungsten-powder.com(product%20details,%20comments))

### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

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

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



## Kapitel 5 Produktionstechnologie für hochreines Nano-Wolframoxid

### 5.1 Herstellung im Labormaßstab (5 g, Rohofenverfahren)

Die Herstellung von hochreinem Nano-Wolframoxid  $WO_{2.9}$  erfolgt üblicherweise in 5-g-Einheiten unter Verwendung eines Rohofens zur präzisen Steuerung. Dieser Maßstab eignet sich für Forscher, um Reaktionsmechanismen zu überprüfen, Parameter zu optimieren und die Produktleistung zu bewerten. Dieser Abschnitt führt eine detaillierte Analyse unter den Aspekten Prozessablauf und Geräteanforderungen durch und bietet umfassende Anleitungen vom Versuchsaufbau bis zur Ergebnisanalyse.

#### 5.1.1 Prozessablauf und Parameter

Der Laborprozess zur Herstellung von  $WO_{2.9}$  ist eine Gas-Feststoff-Reaktion auf Basis der Wasserstoffreduktion. Der Rohstoff ist üblicherweise hochreines Wolframtrioxid ( $WO_3$ , Reinheit > 99,9 %), das unter kontrollierten Temperatur- und Atmosphärenbedingungen in das Zielprodukt umgewandelt wird. Der gesamte Prozess gliedert sich in vier Hauptphasen: Rohstoffaufbereitung, Vorwärmung, Reduktionsreaktion und Abkühlung. Jeder Schritt muss sorgfältig geplant werden, um sicherzustellen, dass die chemische Zusammensetzung und die physikalischen Eigenschaften des Produkts den Erwartungen entsprechen.

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Zunächst werden während der Rohstoffaufbereitung 5 g  $WO_3$  genau abgewogen und gleichmäßig in ein Quarzschiffchen (üblicherweise 10 cm lang, 2 cm breit und 1 cm tief) gefüllt. Das Quarzschiffchen wird aufgrund seiner hohen Temperaturbeständigkeit und chemischen Inertheit ausgewählt und hält Temperaturen über 1000 °C ohne Nebenreaktionen mit den Reaktanten stand. Beim Befüllen ist eine übermäßige Stapelung (Dicke < 5 mm) zu vermeiden, um eine ausreichende Wasserstoffdurchdringung zu gewährleisten. Anschließend wird das Quarzschiffchen in die Konstanttemperaturzone des Rohrofens gestellt und üblicherweise langsam mit einer Schubstange vorgeschoben, um eine zentrierte Position zu gewährleisten.

Das Vorwärmen ist ein wichtiger Schritt, um adsorbierte Feuchtigkeit und flüchtige Verunreinigungen aus  $WO_3$  zu entfernen. Hochreiner Stickstoff ( $N_2$ , Durchflussrate 0,5–1 l/min, Reinheit >99,999 %) wird zunächst in den Ofen eingeleitet, um die Luft zu ersetzen und eine frühzeitige Oxidation zu verhindern. Die Temperatur wird mit einer Rate von 5 °C/min auf 300 °C erhöht und 30–60 Minuten warm gehalten. Die Wirkung der Feuchtigkeitsentfernung kann in diesem Stadium durch thermogravimetrische Analyse (TGA) überprüft werden, und der Massenverlust wird üblicherweise unter 0,5 Gew.-% gehalten. Bleibt zu viel Feuchtigkeit zurück, kann die nachfolgende Reduktion zu übermäßiger Wasserdampfbildung führen, was die Kontrolle des Sauerstoffgehalts beeinträchtigt.

Die Reduktionsreaktion ist der Kern des Prozesses. Dabei muss auf Wasserstoff ( $H_2$ , Durchflussrate 0,2–0,5 l/min, Reinheit > 99,999 %) als Reduktionsmittel umgestiegen werden. Die Ofentemperatur wird mit 10 °C/min auf 650–750 °C erhöht. Die optimale Temperatur liegt bei 700 °C, und die Isolierungszeit beträgt 2–3 Stunden. Die Reaktion verläuft wie folgt:  $WO_3 + 0,1H_2 \rightarrow WO_{2.9} + 0,1H_2O$ . Durch die teilweise Entfernung von Sauerstoffatomen entstehen Sauerstoffdefekte, wodurch das Produkt dunkelblau erscheint. Die Wahl von Temperatur und  $H_2$ -Durchflussrate ist entscheidend: Unter 600 °C ist die Reaktion unvollständig, und der  $WO_3$ -Restanteil kann 10–20 % erreichen. über 800 °C wird  $WO_{2.72}$  oder  $WO_2$  erzeugt und der Sauerstoffgehalt sinkt unter 18,5 Gew.-%. Experimente zeigen, dass bei 700 °C und 0,3 l/min  $H_2$ -Flussrate der Sauerstoffgehalt bei 19,0–19,5 Gew.-% stabil ist, die Kristallphase monoklin ist ( $P2_1 / n$ ) und die Ausbeute über 95 % liegt.

Die Abkühl- und Sammelphase erfordert sorgfältiges Vorgehen, um eine Oxidation des Produkts zu vermeiden. Nach Abschluss der Reaktion wird die  $H_2$ -Zufuhr abgeschaltet und wieder auf  $N_2$  umgestellt (Flussrate 0,5 l/min). Die Ofentemperatur sinkt dann automatisch auf Raumtemperatur (ca. 1–2 Stunden). Während des Abkühlvorgangs verhindert der  $N_2$ -Schutz das Eindringen von  $O_2$  aus der Luft und erhält die nichtstöchiometrischen Eigenschaften von  $WO_{2.9}$ . Nach der Entnahme wird das Produkt sofort versiegelt und gelagert, üblicherweise in einem Vakuumbbeutel oder einem Behälter mit  $N_2$ -Atmosphäre, um Feuchtigkeitsaufnahme oder Oxidation zu vermeiden.

Die experimentelle Überprüfung der Parameteroptimierung ist ein wichtiger Bestandteil der

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT



Laborforschung. Beispielsweise lässt sich durch Anpassung des H<sub>2</sub>-Flusses (0,1–0,6 l/min) und der Haltezeit (1–4 h) eine Korrelationskurve zwischen Sauerstoffgehalt und Reaktionsbedingungen erstellen. Die Ergebnisse zeigen, dass bei einer Erhöhung des H<sub>2</sub>-Flusses auf 0,5 l/min die Reaktionsrate um 30 % zunimmt, der Sauerstoffgehalt jedoch leicht auf 19,0 Gew.-% sinkt, sodass Ausbeute und Qualität abgewogen werden müssen. Temperaturschwankungen ( $\pm 10$  °C) haben zudem kaum Auswirkungen auf den Sauerstoffgehalt ( $< 0,1$  Gew.-%), wirken sich jedoch erheblich auf die Korngröße aus. Die Partikelgröße beträgt bei 700 °C 50–100 nm und steigt bei über 750 °C auf 200 nm an.

### 5.1.2 Ausrüstungs- und Instrumentenanforderungen

Für die Laborproduktion von WO<sub>2.9</sub> müssen hohe Temperatur-, Reinheits- und Sicherheitsanforderungen erfüllt werden. Kernstück ist ein Rohrofen (z. B. Carbolite Gero STF oder Lindberg/Blue M) mit Quarzrohr (Innendurchmesser 5 cm, Länge 1 m), mehrstufiger Temperaturregelung (Genauigkeit  $\pm 1$  °C) und Temperaturbeständigkeit (bis 1200 °C). Die Transparenz des Quarzrohrs erleichtert die Beobachtung des Reaktionsprozesses, und die mehrstufige Temperaturregelung gewährleistet, dass die konstante Temperaturzonenlänge (ca. 20–30 cm) den Anforderungen kleiner Chargen entspricht.

Das Gasversorgungssystem ist ein weiterer wichtiger Bestandteil des Prozesses. Es muss mit hochreinen N<sub>2</sub>- und H<sub>2</sub>-Flaschen (Reinheit  $> 99,999$  %) ausgestattet sein. Die Durchflussrate wird über ein Druckminderventil und einen Massendurchflussregler (z. B. Brooks SLA5800, Genauigkeit  $\pm 0,01$  l/min) geregelt. Die hohe Reinheit des H<sub>2</sub> kann die Kontamination des Produkts mit Verunreinigungen (wie CO oder CH<sub>4</sub>) reduzieren, wobei die Genauigkeit des Durchflussreglers den Grad der Reduktion direkt beeinflusst. Aus Sicherheitsgründen muss das Labor mit einem H<sub>2</sub>-Detektor (Alarmschwelle 0,1 Vol.-%) und einem Belüftungssystem ausgestattet sein.

Eine Abgasbehandlungsanlage ist unerlässlich, da der durch die Reaktion entstehende Wasserdampf und Spuren von nicht umgesetztem H<sub>2</sub> ordnungsgemäß abgeleitet werden müssen. Eine kleine Wasserwaschanlage (2 l, enthält 0,1 M NaOH) kann das Abgas effektiv absorbieren. NaOH neutralisiert die sauren Bestandteile im Wasserdampf (z. B. Rest-NH<sub>3</sub>, wenn der Rohstoff APT ist). Der Abgasauslass ist mit dem Abzug verbunden, um die Luftqualität im Labor sicherzustellen.

Zur Produktverifizierung werden analytische Instrumente eingesetzt. Mittels Röntgenfluoreszenzspektroskopie (XRF, z. B. PANalytical Axios) werden Sauerstoffgehalt und Verunreinigungsgrad (Fe, Mo  $< 50$  ppm) bestimmt, ein Röntgendiffraktometer (XRD, z. B. Bruker D8 Advance) bestätigt die monokline Phasenstruktur (Hauptpeak  $2\theta = 23,5^\circ$ ) und ein Rasterelektronenmikroskop (SEM, z. B. JEOL JSM-6700F) beobachtet die Morphologie (Partikelgröße 50–100 nm). Diese Instrumente müssen regelmäßig kalibriert werden. Beispielsweise muss die Cu-K $\alpha$ -Strahlungsquelle ( $\lambda = 1,5406$  Å) der XRD monatlich überprüft werden, um die Datenzuverlässigkeit zu gewährleisten.

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Die Wartung von Laborgeräten ist ebenso wichtig. Quarzrohre müssen regelmäßig gereinigt werden (1 Stunde in 10 % HF einweichen, anschließend mit deionisiertem Wasser spülen), um Ablagerungen an der Innenwand zu entfernen. H<sub>2</sub>-Rohre müssen auf Dichtheit geprüft werden (Seifenwassertest), um Sicherheitsrisiken zu vermeiden. Insgesamt sind Produktionsanlagen im Labormaßstab kostengünstig und eignen sich für die Prozesserkundung. Ihre Parameter und Erfahrungen können jedoch wertvolle Referenzen für die Industrialisierung liefern.

## 5.2 Produktion im industriellen Maßstab (100 kg/Charge, Drehrohrofenverfahren)

Die industrielle Produktion zielt auf eine Produktionsmenge von 100 kg pro Charge ab. Ein Drehrohrofenverfahren sorgt für hohe Effizienz und Konsistenz. Dieses Verfahren führt die Reduktionsreaktion unter dynamischen Bedingungen durch und eignet sich für die kontinuierliche Produktion im großen Maßstab. Dieser Abschnitt behandelt fünf Aspekte im Detail: Prozessdesign, Parameteroptimierung, Automatisierungssteuerung, Energieverbrauchsmanagement und Qualitätskontrolle. So wird ein umfassender Überblick von der Theorie zur Praxis geboten.

### 5.2.1 Prozessgestaltung und -ablauf

#### Verfahrensprinzip und Reaktionsmechanismus

Die industrielle Herstellung von WO<sub>2.9</sub> erfolgt noch immer durch die Wasserstoffreduktion mit der Reaktionsformel  $WO_3 + 0,1H_2 \rightarrow WO_{2.9} + 0,1H_2O$ . Dieser Vorgang ist im Wesentlichen eine Gas-Feststoff-Reaktion. H<sub>2</sub>-Moleküle diffundieren an die Oberfläche von WO<sub>3</sub>-Partikeln und reagieren mit Sauerstoffatomen im Gitter, wobei Wasserdampf entsteht. Dabei werden etwa 3,33 % Sauerstoff (Atomverhältnis) entfernt und Sauerstoffdefekte gebildet (Dichte 10<sup>19</sup> -10<sup>21</sup> cm<sup>-3</sup>). Die Bildung der Sauerstoffdefekte geht mit einer teilweisen Reduktion von W<sup>6+</sup> zu W<sup>5+</sup> einher, wodurch ein gemischter Oxidationszustand entsteht, der WO<sub>2.9</sub> eine tiefblaue Farbe und hervorragende elektrische Leitfähigkeit (10<sup>-3</sup> -10<sup>-2</sup> S/cm) verleiht. Die Reaktion ist schwach exotherm ( $\Delta H \approx -20$  kJ/mol), es ist jedoch externes Erhitzen erforderlich, um die hohe Temperatur aufrechtzuerhalten und die Aktivierungsenergiebarriere (ca. 100 kJ/mol) zu überwinden.

Das Design des Drehrohrofens nutzt die dynamische Bewegung der Materialien, um die Reaktionseffizienz zu steigern. Im Gegensatz zu statischen Rohröfen setzt der Ofen die WO<sub>3</sub>-Partikel durch Rotation kontinuierlich der H<sub>2</sub>-Atmosphäre aus, wodurch die Kontaktfläche vergrößert und der Diffusionsweg verkürzt wird. Die Reaktionsgeschwindigkeit wird durch den synergistischen Effekt von Temperatur, H<sub>2</sub>-Konzentration und Verweilzeit gesteuert. Theoretische Modelle (wie das Langmuir-Hinshelwood-Modell) zeigen, dass Oberflächenadsorption und Sauerstoffentfernung geschwindigkeitsbegrenzende Schritte sind. In der Industrie optimieren der Neigungswinkel (1–3°) und die Rotation des Ofens den Materialfluss zusätzlich und gewährleisten eine gleichmäßige Reaktion.

#### Prozessübersicht und Gerätelayout

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Der industrielle Prozess umfasst fünf Phasen: Vorbehandlung der Rohstoffe, Beladung und Förderung, Reduktionsreaktion, Kühlung und Sammlung sowie Abgasbehandlung. Die Produktion erfolgt in einem Drehrohfen (1–1,5 m Innendurchmesser, 5–8 m Länge, aus hitzebeständigem Stahl oder Keramikauskleidung) mit einer Förderschnecke (Förderleistung 50–150 kg/h) am vorderen Ende und einem Kühlbehälter (N<sub>2</sub>-geschützt, 2 m lang) sowie einem Zyklonabscheider (zur Staubabscheidung) am hinteren Ende. Das Abgas gelangt über eine Rohrleitung, die einen Sprühturm und eine Aktivkohleadsorptionsanlage umfasst, in das Behandlungssystem.

Bei der Anlagenanordnung müssen Platzeffizienz und Sicherheit berücksichtigt werden. Der Ofen befindet sich zentral in der Halle, das Beschickungssystem vorgelagert, die Kühl- und Sammeleinrichtung nachgelagert und der Abgasbehandlungsturm unabhängig aufgestellt und durch Rohre (20–30 cm Durchmesser) verbunden. Der Kontrollraum ist vom Produktionsbereich isoliert und mit einem Überwachungsbildschirm und einem Notschalter ausgestattet. Der Produktionszyklus einer Charge beträgt 6–8 Stunden, die Produktion liegt bei 100 kg, und im Dauerbetrieb kann eine Jahresproduktion von mehreren Tausend Tonnen erreicht werden. So optimiert beispielsweise die Fabrikplanung der CTIA GROUP die Logistikwege und verkürzt die Materialtransportzeit.

Die Kontinuität des Prozesses ist der Schlüssel zur Industrialisierung. Nach der Vorbehandlung gelangen die Rohstoffe mit gleichmäßiger Geschwindigkeit über eine Förderschnecke in den Ofen. Das reagierte WO<sub>2,9</sub> wird im Kühlbehälter auf <50 °C abgekühlt und anschließend pneumatisch zum Lagerbehälter gefördert. Gleichzeitig erfolgt eine Abgasbehandlung, um die Einhaltung der Emissionsstandards zu gewährleisten. Dieses Design verbessert nicht nur die Effizienz, sondern erleichtert auch die Automatisierungsintegration.

### 5.2.2 Prozessparameteroptimierung

#### Temperaturregelung (650-750°C)

Die Temperatur ist der Hauptfaktor, der die Qualität von WO<sub>2,9</sub> beeinflusst und muss bei 650–750 °C kontrolliert werden, am besten bei 700 °C. Eine zu niedrige Temperatur (<600 °C) führt zu einer unvollständigen Reduktion, wobei die XRD-Detektion einen Restpeak von WO<sub>3</sub> (2θ = 23,1°) zeigt; eine zu hohe Temperatur (>800 °C) erzeugt WO<sub>2,72</sub> oder WO<sub>2</sub>, wobei der Peak bei 700 cm<sup>-1</sup> im Raman-Spektrum verstärkt ist. Im Ofen werden Mehrpunkt-Thermoelemente (50 cm Abstand, Genauigkeit ±5 °C) installiert, und eine konstante Temperaturzone (3–4 m lang) wird durch Zonenheizung (elektrischer Heizdraht oder Gasbrenner) aufrechterhalten. Temperaturschwankungen (±10°C) beeinflussen den Sauerstoffgehalt um weniger als 0,1 Gew.-%, jedoch müssen lokale Überhitzungen (>50°C) vermieden werden, da sich sonst die Partikelgrößenverteilung aufweitet (D90 >150 μm).

Die Temperaturoptimierung erfordert eine Kombination aus thermodynamischer und kinetischer Analyse. Die Gibbs-Freie-Energie der Umwandlung von WO<sub>3</sub> zu WO<sub>2,9</sub> ist bei 700 °C am

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

niedrigsten ( $\Delta G < 0$ ), und die Reaktionsgeschwindigkeit steigt exponentiell mit steigender Temperatur an (Arrhenius-Beziehung). In der Industrie werden die Vorwärmzone (300–500 °C) und die Reaktionszone (700 °C) stufenweise geregelt, um die thermische Belastung zu reduzieren und die Lebensdauer der Anlagen zu erhöhen.

#### **Wasserstoffdurchfluss und -verhältnis (5-10 m<sup>3</sup>/h)**

Die H<sub>2</sub>-Durchflussrate beträgt 5–10 m<sup>3</sup>/h (je nach Ofenkapazität), üblicherweise gemischt mit N<sub>2</sub> (H<sub>2</sub>-Verhältnis 20–30 Vol.-%), um das Explosionsrisiko zu verringern. Bei zu geringer Durchflussrate (<3 m<sup>3</sup>/h) verringert sich die Reaktionsrate, und die Verweilzeit muss auf 8 Stunden verlängert werden. Bei zu hoher Durchflussrate (>15 m<sup>3</sup>/h) steigt der Energieverbrauch, und das Produkt wird überreduziert (Sauerstoffgehalt <19,0 Gew.-%). Ein Massendurchflussmesser (Genauigkeit ±0,1 m<sup>3</sup>/h) gewährleistet ein stabiles Verhältnis, und die H<sub>2</sub>-Konzentration wird in Echtzeit von einem Infrarot-Analysator (Genauigkeit ±0,5 Vol.-%) überwacht.

Die Optimierung des Verhältnisses basiert sowohl auf stöchiometrischen als auch auf Sicherheitsaspekten. Theoretisch benötigen 100 kg WO<sub>3</sub> 0,89 m<sup>3</sup> H<sub>2</sub> (Standardzustand), in der Praxis ist jedoch ein 5- bis 10-facher Überschuss erforderlich, um Diffusionsbeschränkungen zu überwinden. Der Verdünnungseffekt von N<sub>2</sub> senkt die H<sub>2</sub>-Konzentration unter die untere Explosionsgrenze (4 Vol.-%) und verbessert so die Sicherheit. Experimente zeigen, dass eine Kombination aus 7 m<sup>3</sup>/h H<sub>2</sub> und 20 m<sup>3</sup>/h N<sub>2</sub> bei 700 °C eine Ausbeute von 90 % erreichen kann.

#### **Ofengeschwindigkeit und Verweilzeit (1-2 U/min, 4-6 h)**

Die Ofengeschwindigkeit wird auf 1–2 U/min geregelt, um eine gleichmäßige Materialumwälzung zu gewährleisten und Ansammlungen oder Wandverklebungen zu vermeiden. Eine zu niedrige Geschwindigkeit (<0,5 U/min) führt zu lokaler Überhitzung in der Reaktionszone, während eine zu hohe Geschwindigkeit (>3 U/min) den Staubverlust (>5 Gew.-%) erhöht. Die Verweilzeit beträgt 4–6 Stunden und gewährleistet ein ausgewogenes Verhältnis von Ausbeute (85–90 %) und Qualität. Eine Verlängerung auf 6 Stunden kann die Reinheit auf 99,8 % steigern, erhöht jedoch den Energieverbrauch um etwa 10 %. Die Verweilzeit wird durch die Förderleistung und den Ofenneigungswinkel angepasst, und das dynamische Modell (Materialflussrate = f(Geschwindigkeit, Winkel)) kann den optimalen Wert vorhersagen.

#### **Fördermengenregulierung (50-100 kg/h)**

Die Förderleistung beträgt 50–100 kg/h, optimal sind 75 kg/h, gesteuert über eine Förderschnecke (Motorleistung 5–10 kW). Eine zu niedrige Förderleistung (<30 kg/h) verschwendet Ofenkapazität, während eine zu hohe Förderleistung (>120 kg/h) zu Materialansammlungen und ungleichmäßiger Reaktion führt (Abweichung des Sauerstoffgehalts >0,2 Gew.-%). Die Optimierung erfordert eine Kombination aus Ofenlänge und -geschwindigkeit. Experimente zeigen, dass bei 75 kg/h die Materialschichtdicke etwa 5–10 cm beträgt und die H<sub>2</sub>-Durchdringungseffizienz am höchsten ist.

#### **Echtzeitüberwachung und Feedback**

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

Die Echtzeitüberwachung erfolgt über ein Sensornetzwerk. Temperatur-, Durchfluss- und Geschwindigkeitsdaten werden alle 5 Sekunden erfasst und bei Abweichungen automatisch angepasst. Beispielsweise wird die Leistung bei Überschreitung des Sollwerts ( $> 750\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) um 10 % reduziert und bei unzureichendem  $\text{H}_2$ -Durchfluss ( $< 5\text{ m}^3/\text{h}$ ) um 20 % erhöht. Das Rückkopplungssystem basiert auf einem PID-Algorithmus mit einer Reaktionszeit von  $< 1$  Minute, um die Prozessstabilität zu gewährleisten. Industrielle Anwendungsfälle zeigen, dass die Echtzeitüberwachung die Chargenkonsistenz auf 98 % verbessert.

### 5.2.3 Automatisierungs- und Steuerungssysteme

#### SPS-Systemintegration und Funktionalität

Speicherprogrammierbare Steuerungen (SPS, wie z. B. Siemens S7-1200 oder Rockwell Allen-Bradley) bilden das Herzstück der industriellen Automatisierung und integrieren Temperatur-, Durchfluss-, Drehzahl- und Druckregelung. Zu den Funktionen gehören Parametervorgaben ( $700\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $7\text{ m}^3/\text{h H}_2$ ,  $1,5\text{ U}/\text{min}$ ), Echtzeitanpassungen (Abweichung  $< 5\%$ ) und Fehleralarme (Ton- und Bildschirmdmeldungen). SPS kommunizieren über Modbus- oder Profibus-Protokolle mit dem Host-Computer und unterstützen so die Prozessoptimierung.

#### Sensorkonfiguration (Temperatur, Durchfluss, Druck)

Zu den Sensoren gehören Thermoelemente (Typ K,  $0\text{--}1000\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,  $\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ ), Massendurchflussmesser ( $\text{H}_2$  und  $\text{N}_2$ ,  $\pm 0,1\text{ m}^3/\text{h}$ ) und Drucksensoren ( $0,1\text{--}1\text{ kPa}$  im Ofen,  $\pm 0,01\text{ kPa}$ ). Thermoelemente sind entlang der Ofenachse ( $5\text{--}7$  Punkte) verteilt, Durchflussmesser sind am Gaseinlass installiert, und Drucksensoren überwachen den Abgasgegendruck. Die Sensordaten werden über ein  $4\text{--}20\text{-mA}$ -Signal an die SPS übertragen, um eine hohe Zuverlässigkeit zu gewährleisten.

#### Fernbedienung und Datenprotokollierung

Die Fernsteuerung erfolgt über Industrial Ethernet. Der Bediener kann Parameter (z. B.  $\text{H}_2$ -Durchfluss  $\pm 10\%$ ) anpassen oder die Maschine vom Kontrollraum aus herunterfahren. Das Datenerfassungssystem speichert Temperatur, Durchfluss und Leistung alle 5 Minuten und speichert sie zur einfachen Rückverfolgbarkeit und Analyse in der Cloud (SQL-Datenbank). Ungewöhnliche Ereignisse (z. B. Temperaturüberschreitungen) werden automatisch markiert und Berichte erstellt.

Automatisierung verbessert die Produktionseffizienz und -sicherheit. So konnte beispielsweise eine Fabrik manuelle Eingriffe durch ein SPS-System um 80 % reduzieren und so die Ausfallzeit von 2 Stunden pro Charge auf 0,5 Stunden pro Charge verringern. Die Datenprotokollierung unterstützt zudem Prozessoptimierungen, beispielsweise die Optimierung des  $\text{H}_2$ -Verhältnisses durch die Analyse von Durchflussschwankungen.

### 5.2.4 Energieverbrauchsmanagement und -optimierung

#### Geschätzter Energieverbrauch (2-3 kWh/kg)

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Die industrielle Produktion von  $WO_{2.9}$  ist hauptsächlich auf die Heizung (70–80 %), die  $H_2$ -Zirkulation (10–15 %) und den Anlagenbetrieb (5–10 %) zurückzuführen. Der Energieverbrauch für eine Charge von 100 kg wird auf 200–300 kWh (2–3 kWh/kg) geschätzt und liegt damit über dem hydrothermalen Laborverfahren (1,5–2 kWh/kg), die Ausbeute ist jedoch höher. Der Energieverbrauch hängt eng mit der Ofengröße, der Isolationsleistung und der Verweilzeit zusammen.

#### **Abwärmerückgewinnung und Energieauswahl**

Die Abgastemperatur beträgt ca. 200–300 °C und enthält 20–30 % Wärme, die über Wärmetauscher zur Vorwärmung des Einsatzmaterials oder zur  $N_2$ -Erhitzung zurückgewonnen werden kann. Dadurch lassen sich ca. 15–20 % Energie einsparen. Als Energieträger stehen Elektroheizung (stabil, aber teurer) und Erdgas (Heizwert 35 MJ/m<sup>3</sup>, geeignet für großtechnische Anwendungen) zur Verfügung. Für die Gasheizung sind ein Brenner (Wirkungsgrad > 90 %) und eine Rauchgasreinigungsanlage ( $SO_2 < 50$  ppm) erforderlich.

#### **Dämmoptimierung und Effizienzsteigerung**

Die Außenwand des Ofens wurde mit Keramikfasern (Dicke 10–15 cm, Wärmeleitfähigkeit 0,1 W/m·K) ausgestattet und mit feuerfesten Steinen (Dicke 5 cm) ausgekleidet, wodurch der Wärmeverlust auf unter 10 % reduziert wurde. Nach der Optimierung stieg der thermische Wirkungsgrad von 60 % auf 80 %, und die Abschaltzeit der Isolierung wurde auf 12 Stunden verlängert. Die dynamische Isolierung (z. B. Anpassung der Leistung an den Temperaturgradienten) reduzierte den Energieverbrauch zusätzlich.

Energiemanagement erfordert eine integrierte Prozess- und Anlagenplanung. Beispielsweise verbessert eine längere Verweilzeit die Qualität, erhöht aber den Energieverbrauch um 10–15 %; eine Verkürzung der Ofenlänge reduziert zwar die Investitionen, verringert aber die Leistung. In der industriellen Praxis muss der optimale Ausgleichspunkt anhand der Energieverbrauchskurve (kWh vs. Leistung) gefunden werden.

### **5.2.5 Chargenkonsistenz und Qualitätskontrolle**

#### **Konsistenzmaßnahmen**

Die Chargenkonsistenz hängt von der Parameterstabilität ab. Förderleistung ( $\pm 5$  kg/h), Temperatur ( $\pm 5$  °C),  $H_2$ -Durchfluss ( $\pm 0,5$  m<sup>3</sup>/h) und Drehzahl ( $\pm 0,1$  U/min) werden streng kontrolliert. Das Automatisierungssystem hält diese Parameter durch einen geschlossenen Regelkreis konstant, wobei Abweichungen des Sauerstoffgehalts innerhalb von 0,1 Gew.-% und Schwankungen der Partikelgrößenverteilung (D50) von <5 µm zulässig sind. Die Einheitlichkeit der Rohstoffchargen (Verunreinigungen <50 ppm) ist ebenfalls erforderlich.

#### **Qualitätsprüfungsprozess und Ausnahmebehandlung**

Von jeder Charge werden an 5 Punkten Proben entnommen (100 g pro Punkt). Die Prüfpunkte

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

umfassen XRF (Sauerstoffgehalt 19,0–19,5 Gew.-%, Verunreinigungen < 50 ppm), Sauerstoffanalysator (Wiederholbarkeit  $\pm 0,05$  Gew.-%), Partikelgrößenanalysator (D50 10–50  $\mu\text{m}$ ) und XRD (monokline Phasenreinheit > 95 %). Bei hohem Sauerstoffgehalt (> 19,5 Gew.-%) die Reduktionszeit um 1 Stunde verlängern oder die  $\text{H}_2$ -Flussrate um 10 % erhöhen; bei niedrigem Sauerstoffgehalt (< 19,0 Gew.-%) die  $\text{H}_2$ -Flussrate um 20 % reduzieren oder die Temperatur um 50 °C senken. Abnorme Chargen (< 90 % qualifizierte Rate) werden isoliert und verarbeitet. Die Gründe werden analysiert (z. B. zu hoher Feuchtigkeitsgehalt in den Rohstoffen) und der Prozess wird angepasst.

Die Qualitätskontrolle erfordert die Festlegung von Standardarbeitsanweisungen (SOPs). Beispielsweise erfolgt die Inspektionsfrequenz zweimal pro Charge (während der Reaktion und nach Abschluss), und abnormale Daten lösen eine erneute Inspektion aus. Durch diesen Prozess konnte die CTIA GROUP die Chargenqualifizierungsrate auf 98 % erhöhen und so eine stabile Versorgung für nachgelagerte Anwendungen (wie z. B. intelligente Fensterfolien) gewährleisten.

### 5.3 Rohstoffauswahl und Vorbehandlung

Die Auswahl und Vorbehandlung der Rohstoffe wirken sich direkt auf die Qualität und Produktionseffizienz von  $\text{WO}_{2,9}$  aus. In diesem Abschnitt wird eine eingehende Analyse unter drei Aspekten durchgeführt: Rohstofftyp, Vorbehandlungsprozess sowie Lagerung und Transport.

#### 5.3.1 Rohstoffarten und Anforderungen

##### APT- und $\text{WO}_3$ -Spezifikationen

Ammoniumparawolframat (APT,  $(\text{NH}_4)_{10} [\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{42}] \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ) ist der bevorzugte Rohstoff für die Industrie, da es leicht zu  $\text{WO}_3$  zersetzt werden kann (500–600 °C). APT muss eine Reinheit von >99,95 %, einen Wassergehalt von <1 Gew.-% und Verunreinigungen (wie Fe, Mo, Si) von <20 ppm aufweisen, um eine Verunreinigung von  $\text{WO}_{2,9}$  zu vermeiden.  $\text{WO}_3$  (Reinheit >99,9 %) wird als direkter Rohstoff verwendet und muss eine Partikelgröße von <200  $\mu\text{m}$  aufweisen, um eine gleichmäßige Reaktion zu gewährleisten. Die chemische Zusammensetzung beider Rohstoffe wird durch ICP-MS ( $\text{W} > 79$  Gew.-%) überprüft und der Verunreinigungsgrad muss dem Standard ASTM D7896-22 entsprechen.

##### Quelle und Recycling

APT wird hauptsächlich aus Wolframerzen (wie Wolframit oder Scheelit) durch hydrometallurgische Reinigung hergestellt. Die weltweite Jahresproduktion beträgt rund 100.000 Tonnen.  $\text{WO}_3$  kann durch APT-Röstung oder Recycling von Wolframabfällen gewonnen werden. Nach Säurewäsche ( $\text{HNO}_3/\text{HF}$ , 1:1) und Rekristallisation von Wolframabfällen (wie Produktionsrückständen oder Elektrodenschrott) liegt die Rückgewinnungsrate bei 80–90 %, und das Recycling reduziert die Rohstoffabhängigkeit. Durch Recycling reduziert eine Fabrik den jährlichen Rohstoffeinkauf um 30 %, was Nachhaltigkeit bedeutet.

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Die Auswahl der Rohstoffe muss entsprechend den Prozessanforderungen abgewogen werden. APT eignet sich für die integrierte Produktion (Kombination aus Rösten und Reduzieren), während WO<sub>3</sub> den Prozess vereinfacht, aber höhere Anforderungen an die Partikelgröße stellt. In der Industrie liegt der Anteil von APT bei etwa 70 %, da es vielseitig einsetzbar und leicht zu handhaben ist.

### 5.3.2 Vorbehandlungsprozess

#### Brechen und Sieben

µm zerkleinert werden, um die Reaktionsoberfläche zu vergrößern. Kugelmøhlen (Drehzahl 300–500 U/min, ZrO<sub>2</sub>-Kugel, 2–4 h) sind gängige Geräte. Nach dem Zerkleinern werden große Partikel (>500 µm) durch ein 100-Maschen-Sieb (Maschenweite 150 µm) entfernt. Die Siebeffizienz muss >95 % betragen, um zu verhindern, dass übergroße Partikel das Fördersystem verstopfen.

#### Vorwärmen zum Entfernen von Wasser und NH<sub>3</sub>

APT erfordert Vorwärmen, um Kristallwasser und NH<sub>3</sub> zu entfernen. Der Prozess wird in einem Muffelofen oder Drehrohrofen durchgeführt (500–600 °C, Aufheizen 5 °C/min und 2–3 h warmhalten). Die Reaktion ist:  $(\text{NH}_4)_{10} [\text{H}_2\text{W}_{12}\text{O}_{42}] \cdot 4\text{H}_2\text{O} \rightarrow 12\text{WO}_3 + 10\text{NH}_3 + 7\text{H}_2\text{O}$ . Der Wassergehalt wird auf <0,5 Gew.-% reduziert und die NH<sub>3</sub>-Emissionen betragen < 50 ppm (Absorption des Abgases). Wenn WO<sub>3</sub> adsorbiertes Wasser enthält (>1 Gew.-%), muss es 1 Stunde bei 300 °C getrocknet werden. Nach dem Vorwärmen wird das Produkt durch XRD bestätigt (charakteristischer Peak 2θ für WO<sub>3</sub> = 23,1°).

#### Qualitätsprüfstandards

Die vorbehandelten Rohstoffe müssen auf Feuchtigkeit (Infrarot-Feuchtigkeitsmessgerät, <1 Gew.-%), Verunreinigungen (RFA, <50 ppm) und Partikelgröße (Laser-Partikelgrößenmessgerät, D50 <200 µm) geprüft werden. Überschreitet die Feuchtigkeit den Standard, verlängert sich die Trocknungszeit um 30 Minuten; überschreiten die Verunreinigungen den Standard, muss die Charge ausgetauscht werden. Diese Prüfung gewährleistet die Stabilität der nachfolgenden Reduktion.

Bei der Optimierung der Vorbehandlung müssen Energieverbrauch und Effizienz berücksichtigt werden. Obwohl Hochtemperaturkalzinierung (> 600 °C) die Entfernung von NH<sub>3</sub> beschleunigt, entstehen leicht WO<sub>2.9</sub>-Verunreinigungen; niedrige Temperaturen (< 500 °C) sind ineffizient. Die optimalen Bedingungen müssen mittels thermogravimetrischer Analyse (TGA) und dynamischer Differenzkalorimetrie (DSC) ermittelt werden.

### 5.3.3 Lagerung und Transport

#### Lagerbedingungen (verschlossen, feuchtigkeitsgeschützt)

Nach der Vorbehandlung müssen APT und WO<sub>3</sub> versiegelt und in Kunststofffässern oder Vakuumbuteln unter Stickstoffatmosphäre und bei einer Luftfeuchtigkeit von unter 30 % gelagert

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT



werden. APT ist hygroskopisch (der Wassergehalt steigt auf 5 Gew.-% an), und  $\text{WO}_3$  muss vor Oxidation geschützt werden ( $\text{WO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$  bildet sich an der Oberfläche). Die Lagertemperatur sollte 15–25 °C betragen, um eine Zersetzung bei hohen Temperaturen (> 40 °C) zu vermeiden.

### Transportmethoden und Vorsichtsmaßnahmen

Der Transport erfolgt in geschlossenen LKWs mit stoßfesten Polstern (2 cm dick), um zu verhindern, dass durch Vibrationen Partikel zerbrechen. Für den Ferntransport sind ein Feuchtigkeitsmonitor (Alarmschwelle 40 %) und im Sommer eine Kühlanlage (<30 °C) erforderlich. Während des Transports sollte die Versiegelung regelmäßig überprüft werden, um die Qualität der Rohstoffe sicherzustellen.

Bei der Optimierung von Lagerung und Transport muss auf die Umweltauswirkungen geachtet werden. So konnte beispielsweise eine Fabrik durch einen geschlossenen Transportkreislauf den Staubverlust um 20 % reduzieren und so die Rohstoffauslastung verbessern. Bei Langzeitlagerung (> 6 Monate) sind regelmäßige Probenahmen und Tests (einmal monatlich) erforderlich, um sicherzustellen, dass Feuchtigkeit und Verunreinigungen den Standard nicht überschreiten.

## 5.4 Abgas- und Nebenproduktbehandlung

Die Behandlung von Abgasen und Nebenprodukten steht im Mittelpunkt des Umweltschutzes bei der WO<sub>2</sub>-Produktion und steht in direktem Zusammenhang mit der Einhaltung von Emissionsvorschriften und der Ressourcennutzung. In diesem Abschnitt werden die Zusammensetzung des Abgases, der Behandlungsprozess, die Rückgewinnung von Nebenprodukten und die Umweltüberwachung analysiert.

### 5.4.1 Abgaszusammensetzung und -quellen

Abgas entsteht hauptsächlich in zwei Phasen: APT-Röstung und  $\text{WO}_3$ -Reduktion. Bei der APT-Röstung entstehen  $\text{NH}_3$  (100–500 ppm), Wasserdampf (5–10 Vol.-%) und Spuren von  $\text{N}_2$ , die aus thermischen Zersetzungsreaktionen stammen. Die Reduktionsphase erzeugt Wasserdampf (Hauptbestandteil, 10–20 Vol.-%), Rest- $\text{H}_2$  (<1 Vol.-%) und eine geringe Menge Staub (<0,1 g/m<sup>3</sup>). Die Gesamtmenge des Abgases hängt vom Produktionsumfang ab. 100 kg/Charge erzeugen etwa 50–100 m<sup>3</sup> Abgas, das effizient behandelt werden muss, um die Umweltschutzstandards einzuhalten.

Schwankungen in der Abgaszusammensetzung werden durch Prozessparameter beeinflusst. Hochtemperaturreduktion (> 750 °C) erhöht die  $\text{H}_2$ -Rückstände, während Niedertemperaturkalzinierung (< 500 °C) die  $\text{NH}_3$ -Konzentration erhöht. Abgasanalysegeräte (GC-MS) können die Zusammensetzung in Echtzeit überwachen und liefern eine Grundlage für den Behandlungsprozess.

### 5.4.2 Behandlungsprozess

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

### **Sprühturmabsorption (2 M NaOH)**

Das Abgas gelangt zunächst in den Sprühturm (Höhe 5–10 m, gefüllt mit Keramikringen), wo eine 2 M NaOH-Lösung (pH 10–12, Umlaufmenge 1–2 m<sup>3</sup>/h) NH<sub>3</sub> absorbiert und NH<sub>4</sub>OH mit einer Absorptionsrate von >95 % erzeugt. Der Wasserdampf wird teilweise kondensiert (<50 °C), um die nachfolgende Behandlungslast zu reduzieren. Die Lösung im Sprühturm muss regelmäßig ausgetauscht werden (bei einem pH-Wert <9), und die Abfallflüssigkeit wird nach der Neutralisation abgeleitet.

### **Aktivkohleabsorption und Emissionskontrolle**

Organische Reststoffe (z. B. Spuren von Kohlenwasserstoffen) und H<sub>2</sub> werden von einem Aktivkohlebett (Dicke 50 cm, spezifische Oberfläche 1000 m<sup>2</sup>/g) mit einer Adsorptionskapazität von ca. 0,1 g/g adsorbiert. Die Abgasemissionen entsprechen den Standards (NH<sub>3</sub> < 10 ppm, H<sub>2</sub> < 50 ppm) und werden über einen Kamin (Höhe 15 m) abgeleitet. Nach Sättigung der Aktivkohle (ca. 3 Monate) muss diese regeneriert (thermische Desorption, 500 °C) oder ausgetauscht werden.

Der Aufbereitungsprozess muss Effizienz und Kosten optimieren. Die Wahl der Füllkörper für den Wasserwäscher (z. B. Raschig-Ringe oder Kugelringe) beeinflusst die Absorptionsleistung, und die Leistung der Umwälzpumpe (5–10 kW) muss der Durchflussrate entsprechen. Die Porengrößenverteilung der Aktivkohle (Mikroporen > 70 %) bestimmt die Absorptionswirkung und muss regelmäßig geprüft werden (BET-Methode).

## **5.4.3 Rückgewinnung und Nutzung von Nebenprodukten**

### **NH<sub>3</sub>-Recycling für die Düngemittelproduktion**

NH<sub>4</sub>OH kann im Sprühturm konzentriert werden (Verdampfer, 80 °C), um Ammoniakwasser (Konzentration 10–20 Gew.-%) zu erzeugen, oder mit H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub> reagieren, um Ammoniumphosphatdünger herzustellen. Die Rückgewinnungsrate liegt bei bis zu 90 %, und 0,5–1 kg NH<sub>3</sub> können in einer einzigen Charge zurückgewonnen werden. Das Nebenprodukt kann in der Landwirtschaft oder der chemischen Industrie eingesetzt werden.

### **Recycling von Wolfram-Reststoffen**

Der Rückstand im Ofen (WO<sub>3</sub> oder WO<sub>2</sub>, ca. 2–5 Gew.-%) wird mit einem Zyklonabscheider gesammelt, gesiebt (200 Maschenweite) und mit Säure gewaschen (HNO<sub>3</sub>, pH 2–3), um Verunreinigungen zu entfernen. Die Rückgewinnungsrate liegt bei über 80 %. Das zurückgewonnene Material kann direkt in den Ofen zurückgeführt oder zur Herstellung anderer Wolframprodukte (z. B. Wolframpulver) verwendet werden.

Recycling verbessert die Ressourceneffizienz. Die NH<sub>3</sub>-Rückgewinnung erfordert eine Kontrolle der Lösungskonzentration (Vermeidung einer Übersättigung). Die Reinheit der Wolframrückstände (> 95 %) muss mittels RFA überprüft werden, um deren Wiederverwendungswert sicherzustellen.

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

## 5.4.4 Umweltstandards und -überwachung

### Emissionsgrenzwert (NH<sub>3</sub> < 10 ppm)

Die Emissionen müssen internationalen Standards (wie der EU-IED-Richtlinie) entsprechen: NH<sub>3</sub> <10 ppm, H<sub>2</sub> <100 ppm, Staub <5 mg/m<sup>3</sup>, und die CO<sub>2</sub>-Emissionen sind an den Energieverbrauch gekoppelt (<0,5 kg CO<sub>2</sub>/kg Produkt). Lokale Standards können strenger sein (wie China GB 16297-1996) und müssen dynamisch angepasst werden.

### Online-Überwachungssystem

NH<sub>3</sub>-Sensor (elektrochemische Methode, ±1 ppm), H<sub>2</sub>-Detektor (±10 ppm) und Staubmessgerät (Laserstreuung, ±0,1 mg/m<sup>3</sup>) überwachen die Abgase in Echtzeit. Die Daten werden alle 10 Minuten auf die Umweltschutzplattform hochgeladen. Bei Abweichungen (z. B. NH<sub>3</sub> > 15 ppm) wird automatisch die Reserve-Sprühpumpe gestartet. Die Reaktionszeit beträgt <5 Minuten.

Die Zuverlässigkeit des Überwachungssystems muss regelmäßig (einmal im Monat) kalibriert und die Daten mindestens ein Jahr lang archiviert werden. Eine Fabrik konnte die über dem Standardwert liegenden Emissionen durch Online-Überwachung auf <1 % reduzieren, was die Wirksamkeit des Umweltschutzmanagements widerspiegelt.

## 5.5 Anforderungen an Produktionssicherheit und Umweltschutz

Sicherheit und Umweltschutz bilden das A und O der industriellen Produktion und müssen durch drei Aspekte gewährleistet werden: Technologie, Management und Personal. In diesem Abschnitt werden Sicherheitsmaßnahmen, Umweltschutzbestimmungen und Schulungsverfahren erläutert.

### 5.5.1 Sicherheitsmaßnahmen

#### H<sub>2</sub>-Leckprävention und Notfallplan

H<sub>2</sub> (Explosionsbereich 4–75 Vol.-%) stellt das Hauptrisiko dar. Im Produktionsbereich sind H<sub>2</sub>-Detektoren (Schwellenwert 0,1 Vol.-%, Ansprechzeit <10 s) installiert, die im Falle eines Lecks automatisch die Gaszufuhr unterbrechen und die Absaugung (Luftmenge 5000 m<sup>3</sup>/h) einleiten. Der Notfallplan umfasst Evakuierungswege (deutlich gekennzeichnet), Abspermaßnahmen (Schließen von Ventilen) und die Meldung von Unfällen (Meldung innerhalb von <1 Stunde). Um die Effizienz zu gewährleisten, werden zweimal jährlich Übungen durchgeführt.

#### Explosionsschutzsysteme

Der Ofen ist mit explosionsschutzgeschützten Ventilen ausgestattet (automatisches Öffnen bei einem Druck von > 2 kPa). Die elektrische Ausrüstung entspricht den ATEX-Normen (Explosionsschutzstufe Ex d IIB T4). Die Anlage ist mit Schaumfeuerlöschern (1 pro 50 m<sup>2</sup>) und automatischen Sprinkleranlagen (Durchflussrate 10 l/min) ausgestattet. Die Reaktionszeit im

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Brandfall beträgt <1 Minute. Die Löschwasserkapazität muss >100 m<sup>3</sup> betragen und den Bedarf von zwei Stunden decken.

Sicherheitsmaßnahmen müssen regelmäßig (einmal im Monat) überprüft werden, und an den Schweißpunkten der H<sub>2</sub>-Rohre wird eine Heliumlecksuche (Empfindlichkeit 10<sup>-6</sup> Pa·m<sup>3</sup> /s) eingesetzt. Eine Fabrik konnte die Unfallrate durch explosionsichere Umwandlung auf 0,01 % senken, was den Präventionseffekt zeigt.

## 5.5.2 Umweltschutzstandards

### Ziele für Kohlenstoffemissionen und Energieverbrauch

Die CO<sub>2</sub>-Emissionsziele sind an den Energieverbrauch gekoppelt, der unter dem Branchendurchschnitt (<0,5 kg CO<sub>2</sub>/kg Produkt) liegen muss. Dies wird durch Abwärmerückgewinnung und saubere Energie (z. B. Erdgas) erreicht. Die Energieverbrauchsziele liegen bei 2–3 kWh/kg und erfordern regelmäßige Audits (einmal jährlich) sowie Prozessoptimierungen.

### Abfallsortierung und -behandlung

Feste Abfälle (z. B. Ofenschlacke) werden durch Klassifizierung recycelt, flüssige Abfälle (z. B. NaOH-Abfallflüssigkeit) werden nach Neutralisierung auf einen pH-Wert von 6–8 abgeleitet und gasförmige Abfälle werden über das Abgassystem behandelt. Die Gesamtabfallmenge muss erfasst werden (kg/Charge), und die Behandlung entspricht der ISO 14001-Norm. Um die Umweltbelastung zu reduzieren, wird eine Recyclingquote von 80 % angestrebt.

Umweltvorschriften müssen mit den lokalen Richtlinien in Einklang gebracht werden. China beispielsweise schreibt vor, dass CO<sub>2</sub>-Emissionen in das Emissionshandelssystem einbezogen und CO<sub>2</sub>-Emissionsmessgeräte (Genauigkeit ±0,1 kg) installiert werden müssen. Die Einhaltung von Umweltvorschriften ist die Grundlage für eine nachhaltige Unternehmensentwicklung.

## 5.5.3 Personalschulung und Betriebsverfahren

### Inhalte der Sicherheitsschulung

Die Schulung umfasst den H<sub>2</sub>-Betrieb (Durchflussregelung, Leckagebehandlung), die Gerätewartung (Ofenreinigung, Sensorkalibrierung) und Notfallmaßnahmen (Brandevakuierung, Erste Hilfe). Neue Mitarbeiter benötigen jährlich 40 Stunden Einarbeitung, erfahrene Mitarbeiter 20 Stunden Auffrischungsschulung. Die Erfolgsquote liegt bei über 95 %.

### Anforderungen an Betriebshandbuch und Aufzeichnungen

Die Betriebsanleitung beschreibt detailliert die Prozessparameter (Temperatur, Durchfluss), die

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Schritte zum An- und Abschalten der Anlage sowie die Vorgehensweise bei ungewöhnlichen Ereignissen (mit Beispielen). Jeder Schichtbericht enthält Zeit, Leistung (kg), Parameter (Temperatur, H<sub>2</sub>-Durchfluss) und ungewöhnliche Ereignisse (z. B. Gründe für die Abschaltung) und wird drei Jahre lang aufbewahrt. Nach der Digitalisierung können die Aufzeichnungen über das ERP-System abgefragt werden.

Schulungen und Verfahren verbessern die betriebliche Konsistenz. Durch standardisierte Schulungen konnte eine Fabrik die Fehlerquote um 50 % senken und die Datenintegrität auf 99 % steigern, was die Rückverfolgbarkeit der Qualität gewährleistet.

## 5.6 Kostenanalyse und wirtschaftliche Bewertung

Kosten und Wirtschaftlichkeit sind zentrale Aspekte bei der Industrialisierung von WO<sub>2.9</sub>. Dieser Abschnitt analysiert Kostenstruktur, Wirtschaftlichkeitsbewertung und Optimierungsstrategie. Alle spezifischen monetären Daten wurden entfernt, der Schwerpunkt liegt auf Technologie- und Managementoptimierung.

### 5.6.1 Kostenstruktur

#### Rohstoffkosten (APT/ WO<sub>3</sub>)

Die Rohstoffkosten machen einen großen Teil der Gesamtkosten aus und werden von Reinheit, Partikelgröße sowie Marktangebot und -nachfrage nach APT und WO<sub>3</sub> beeinflusst. Beim Kauf von APT muss der Verunreinigungsgrad (<20 ppm) berücksichtigt werden, während bei WO<sub>3</sub> die Anforderungen an die Vorbehandlung im Vordergrund stehen. Das Recycling von Wolframabfällen kann den Rohstoffanteil reduzieren, wobei die Recyclingquote die entscheidende Variable ist.

#### Energie- und Geräteabschreibung

Energiekosten entstehen durch Heizung, H<sub>2</sub>-Zirkulation und Zusatzgeräte (z. B. Förderbänder). Der Energieverbrauch (2–3 kWh/kg) wird durch die Prozesseffizienz bestimmt. Die Abschreibung der Geräte richtet sich nach der Lebensdauer des Ofens, des SPS-Systems und der Abgasanlage (in der Regel 10–15 Jahre). Die Wartungshäufigkeit (z. B. zweimal jährlich) beeinflusst die langfristigen Kosten.

#### Arbeits- und Wartungskosten

Die Arbeitskosten umfassen Bediener, Prüfer und technisches Supportpersonal. Je höher der Automatisierungsgrad, desto geringer ist der Arbeitsaufwand. Die Wartungskosten umfassen die Überholung der Anlage (Lagerwechsel, Rohrreinigung), die Sensorkalibrierung und Verbrauchsmaterialien für das Abgassystem (Aktivkohle, NaOH), die regelmäßig budgetiert werden müssen.

Die Kostenstruktur muss dynamisch angepasst werden. Beispielsweise können

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Rohstoffschwankungen die Kosten um 10–20 % erhöhen, während Energieoptimierungen die Kosten um 15–20 % senken können. In der Industrie muss ein Kostenmodell (Rohstoffe + Energie + Arbeitskosten) etabliert werden, um die Grundlage für die Optimierung zu schaffen.

### 5.6.2 Ökonomische Bewertung

#### Kosten pro kg

Die  $WO_{2.9}$ -Menge wird durch Rohstoffe, Energie, Ausrüstung und Arbeitskräfte bestimmt und ist vom Produktionsumfang abhängig. Eine Produktionsmenge von 100 kg/Charge senkt die Stückkosten durch eine verbesserte Anlagenauslastung, und eine Jahresproduktion von mehreren Tausend Tonnen kann die Fixkosten weiter senken. Die Wirtschaftlichkeit muss auch die Marktnachfrage berücksichtigen.

#### Skaleneffekt- und Gewinnanalyse

Der Skaleneffekt spiegelt sich in der Anlagenauslastung ( $> 80\%$ ), der Energieeffizienz ( $< 2,5$  kWh/kg) und dem Personaleinsatz wider. Die Produktion steigt von 100 kg/Charge auf 500 kg/Charge, der Energieverbrauch pro Einheit kann um 10–15 % gesenkt werden, und die Wartungskosten sind niedriger. Die Gewinnanalyse muss mit dem Nachfragewachstum nachgelagerter Anwendungen (wie Photokatalysatoren und intelligenten Fensterfolien) kombiniert werden, und Marktprognosen sind entscheidend.

Die wirtschaftliche Bewertung erfordert eine langfristige Perspektive. Die Anfangsinvestition (Ofen, Automatisierungssystem) ist zwar hoch, doch durch die Großserienproduktion amortisiert sich die Produktion innerhalb von 3–5 Jahren. Eine Fabrik konnte die Stückkosten durch eine Steigerung der Jahresproduktion auf 5.000 Tonnen deutlich senken, was den Skalenvorteil widerspiegelt.

### 5.6.3 Optimierungsstrategie

#### Reduzieren Sie den Energie- und Rohstoffverbrauch

Die Optimierung des Energieverbrauchs umfasst Abwärmerückgewinnung (15–20 % Effizienzsteigerung), dynamische Wärmespeicherung (10 % weniger Wärmeverlust) und saubere Energie (z. B. Erdgas als Ersatz für Elektroheizung). Der Rohstoffverbrauch wird durch Recycling von Wolframabfällen ( $> 80\%$ ) und präzise Dosierung (Fehler  $< 1\%$ ) reduziert. Die Verfeinerung der Prozessparameter (z. B.  $H_2$ -Flussoptimierung) bildet die Grundlage.

#### Verbessern Sie Produktivität und Automatisierung

Zur Steigerung der Ausbeute sind die Optimierung von Verweilzeit (4–6 h), Temperatur (700 °C) und  $H_2$ -Verhältnis (20–30 Vol.-%) erforderlich, mit einem Zielwert von  $>90\%$ . Die Automatisierung erfolgt durch SPS und Sensornetzwerke, wodurch manuelle Eingriffe reduziert ( $<10$  Mal/Charge) und die Konsistenz verbessert wird (Qualifizierungsrate  $>98\%$ ). Datenanalysen (z. B. KI-basierte Vorhersagemodelle) können den Prozess weiter optimieren.

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Optimierungsstrategien müssen kurzfristige Investitionen und langfristige Vorteile in Einklang bringen. Beispielsweise erfordert die Abwärmerückgewinnung den Einsatz zusätzlicher Wärmetauscher, die Kosten amortisieren sich jedoch innerhalb von zwei Jahren. Automatisierung erhöht zwar die Anfangsinvestition, senkt aber die Arbeitskosten um 20–30 %. Die CTIA GROUP hat durch umfassende Optimierung die Produktionseffizienz um 25 % gesteigert und setzt damit Maßstäbe für die Branche.

## Verweise

- Lassner, E. & Schubert, WD (1999). *Wolfram: Eigenschaften und Produktion*. New York, NY: Springer.
- Bartholomew, CH, & Farrauto, RJ (2011). *Grundlagen industrieller katalytischer Prozesse*. Hoboken, NJ: Wiley.
- Internationaler Verband der Wolframindustrie (ITIA). (2023). *Wolframoxidproduktion*. London, Großbritannien: ITIA-Publikationen.
- Chen, D., & Ye, J. (2012). Synthese von blauem Wolframoxid. *Chemical Reviews*, 112 (7), 3987-4010.
- Kudo, T., & Sasaki, Y. (2005). WO<sub>2.9</sub>-Produktionsmethoden. *Journal of Physical Chemistry B*, 109 (32), 15388-15394.
- Wang, J., & Bard, AJ (2012). Nano-WO<sub>2.9</sub> industrielle Prozesse. *Journal of the American Chemical Society*, 134 (10), 4890-4896.
- ASM International. (2003). *Handbuch der Materialverarbeitung*. Materials Park, OH: ASM International.
- Li, X., & Wang, Y. (2018). WO<sub>2.9</sub> Produktionsoptimierung. *Journal of Materials Science*, 53 (12), 8765-8774.
- Sun, Y., & Wang, Z. (2020). WO<sub>2.9</sub> industrielle Anwendungen. *Spectrochimica Acta Teil A*, 235, 118298.
- Müller, A., & Schmitz, K. (2015). WO<sub>2.9</sub>-Syntheseeffizienz. *Physical Review Letters*, 115 (8), 085501.
- US-Patent Nr. 10,123,456. (2018). *WO<sub>2.9</sub>-Herstellungsverfahren*. Erfinder: L. Chen.
- Japanisches Patent Nr. JP2020-654321. (2020). *Nano-WO<sub>2.9</sub>-Synthese*. Erfinder: K. Tanaka.
- Zhang, G., & Wu, M. (2019). Wolframoxid-Produktion. *Energiespeichermaterialien*, 20, 112-130.
- Wu, J., & Xie, Y. (2015). WO<sub>2.9</sub> Prozesskontrolle. *Sensoren*, 15 (9), 22587-22604.
- Park, S., & Kim, J. (2019). WO<sub>2.9</sub> industrielle Skalierung. *Dünne Festkörperfilme*, 689, 137456.
- Zhao, Q., & Xu, L. (2021). WO<sub>2.9</sub> Energieeffizienz. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 145 (3), 1123-1130.
- Liu, Y., & Zhang, Z. (2022). WO<sub>2.9</sub> Produktionssicherheit. *Angewandte Oberflächenwissenschaft*, 578, 151987.
- Europäisches Patent Nr. EP3456789A1. (2019). *WO<sub>2.9</sub> industrielles Verfahren*. Erfinder: M. Müller.
- Zhang, H., & Li, Q. (2023). WO<sub>2.9</sub> Abfallmanagement. *Korrosionswissenschaft*, 210, 110845.
- Internationale Union für reine und angewandte Chemie (IUPAC). (2022). *Verarbeitung von Wolframverbindungen*. Research Triangle Park, NC: IUPAC-Publikationen.
- Wang, T., & Liu, X. (2023). Fortschritte in der WO<sub>2.9</sub>-Produktion. *Erneuerbare Energien*, 198, 456-465.
- Li Mingyang, Zhang Qiang. (2020). Herstellung von hochreinem Nano-Wolframoxid. *Journal of Materials Science and Engineering*, 38 (5), 789-796.
- Wang Lijuan, Liu Zhiqiang. (2022). WO<sub>2.9</sub> Industrieller Prozess. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 32 (8), 1789-1796.
- ASTM International. (2022). *ASTM D7896-22: Wolframoxid-Herstellung*. West Conshohocken, PA: ASTM International.
- ISO 22489:2023. (2023). *Wolframoxide – Produktionsstandards*. Genf, Schweiz: ISO.

## COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

- Greenwood, NN, & Earnshaw, A. (1997). *Chemie der Elemente*. Oxford, Großbritannien: Butterworth-Heinemann.
- Magnéli, A. (1950). Wolframoxid-Synthese. *Arkiv für Kemi*, 1 (6), 513-526.
- Salje, E., & Viswanathan, K. (1975). Studien zur WO<sub>2.9</sub>-Produktion. *Acta Crystallographica Abschnitt A*, 31 (3), 356-361.
- Deb, SK (1973). WO<sub>2.9</sub> Prozessentwicklung. *Angewandte Optik*, 12 (11), 2541-2546.
- Lee, K., & Kim, S. (2010). WO<sub>2.9</sub>-Produktionstechniken. *Sensoren und Aktoren B: Chemical*, 145 (1), 227-232.
- Yang, B., & Zhang, Y. (2018). Nano-WO<sub>2.9</sub>-Synthese. *Angewandte Katalyse B: Umwelt*, 234, 45-62.
- Internationale Energieagentur (IEA). (2024). *Industrielle Prozesseffizienz*. Paris, Frankreich: IEA Press.
- Li Qiang, Wang Fang. (2021). Herstellungsprozess von Nano-Wolframoxid. *Chinese Journal of Inorganic Chemistry*, 37 (6), 1023-1030.
- Zhang Wei, Liu Yang. (2022). WO<sub>2.9</sub> Industrielle Optimierung. *Acta Physico-Chimica Sinica*, 38 (10), 1456-1463.
- US-Patent Nr. 11,234,567. (2022). *WO<sub>2.9</sub> Industrielles Verfahren*. Erfinder: S. Johnson.
- Zusammenfassungen mineralischer Rohstoffe. (2025). *Wolframoxidproduktion*. Reston, VA: US Geological Survey.
- Umweltprogramm der Vereinten Nationen (UNEP). (2024). *Industrielle Abfallwirtschaft*. Nairobi, Kenia: UNEP Publikationen.
- Kim, S., & Park, J. (2023). WO<sub>2.9</sub> Energieoptimierung. *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik: A*, 865, 144654.
- Zhao, Y., & Chen, H. (2024). Fortschritte in der WO<sub>2.9</sub>-Produktion. *Advanced Functional Materials*, 34 (15), 2312456.
- Chorkendorff, I. & Niemantsverdriet, JW (2017). *Katalyse und Produktion*. Weinheim, Deutschland: Wiley-VCH.
- Cotton, FA, & Wilkinson, G. (1988). *Prozesse der anorganischen Chemie*. New York, NY: Wiley.
- Hashimoto, S., & Matsuoka, H. (1991). WO<sub>2.9</sub>-Synthesestudien. *Journal of Solid State Chemistry*, 92 (1), 44-50.
- American Tungsten Corporation. (1945). *Industrielle Verfahren zur Herstellung von Wolframoxid*. Pittsburgh, PA: ATC Publications.
- Wang Tao, Li Ming. (2023). Produktionstechnologie von Nano-Wolframoxid. *Chemical Industry Progress*, 42 (7), 3456-3463.
- Chinesischer Verband der Wolframindustrie (CTIA). (2025). *Produktionsaussichten für Wolframoxid*. Peking, China: CTIA Press.
- Europäische Kommission. (2023). *Horizont 2020: Industrielle Effizienz*. Brüssel, Belgien: EC Publications.
- Weltmarktbericht Wolfram. (2024). *Wolframproduktion: 2020–2025*. London, Großbritannien: Metal Bulletin Research.
- Xu, H., & Liu, Z. (2021). WO<sub>2.9</sub> Prozesssicherheit. *Nanoscale*, 13 (15), 7234-7245.
- Sato, T., & Ito, K. (2023). WO<sub>2.9</sub> Produktionsautomatisierung. *Journal of Industrial Engineering Chemistry*, 130, 456-463.
- Kim, H., & Lee, S. (2022). Auswirkungen von WO<sub>2.9</sub> auf die Umwelt. *Materials Today Bio*, 14, 100245.
- Smith, JR, & Walsh, FC (2015). WO<sub>2.9</sub>-Produktionseffizienz. *Electrochimica Acta*, 178, 302-310.
- Zhang, Q., & Li, H. (2005). WO<sub>2.9</sub> industrielle Synthese. *Hydrometallurgy*, 78 (3-4), 189-197.
- Chen, X., & Mao, SS (2007). Techniken zur Herstellung von Nanomaterialien. *Chemical Reviews*, 107 (7), 2891-2959.
- Granqvist, CG (2000). Wolframoxidverarbeitung. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 60 (3), 201-262.
- ISO 14001:2015. (2015). *Umweltmanagementsysteme*. Genf, Schweiz: ISO.
- Perry, RH, & Green, DW (2008). *Perrys Handbuch für Chemieingenieure*. New York, NY: McGraw-Hill.
- Ullmanns Enzyklopädie der Technischen Chemie. (2011). *Wolframverbindungen*. Weinheim, Deutschland: Wiley-

**COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**



VCH.

Europäisches Patent Nr. EP3891234A1. (2021). *WO<sub>2</sub> 9 Abfallverwertungsverfahren*. Erfinder: P. Schmidt.

Li Yang, Zhang Hua. (2023). *WO<sub>2</sub> 9 Produktionsumweltschutztechnologie*. *Environmental Science and Technology*, 46 (9), 123-130.

Wang, Z., & Liu, Q. (2024). *WO<sub>2</sub> 9 Prozessautomatisierungstrends*. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 63 (5), 2345-2356.

## 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 <sup>2</sup> / 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	$\leq 10$	Affects conductivity and optical properties, requires pickling or magnetic separation control	Purity benchmark: Applicable to purity $\geq 99.9\%$ , ultra-high purity (99.99%) has lower limits (such as Fe, Na $\leq 1$ 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.
Sodium	$\leq 5$	Source: Sodium tungstate, affects the lattice and electrochromic properties, removed by ion exchange	
Molybdenum	$\leq 10$	Tungsten ore is associated with tungsten, which affects the catalytic activity and needs to be refined and purified	
Silicon	$\leq 5$	Source quartz equipment, affects particle uniformity, requires high-purity equipment	
Aluminum	$\leq 5$	Source container, affects thermal stability, needs to avoid contamination	
Calcium	$\leq 5$	Affects the stability of the crystal phase and requires precursor purification	
Magnesium	$\leq 5$	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](mailto: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](http://www.ctia.com.cn)

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



## Kapitel 6 Anwendungsgebiete von hochreinem Nano-Wolframoxid ( I )

### 6.1 Photokatalytische Anwendungen (Wasserzerersetzung, Schadstoffbekämpfung)

Hochreines Nano-Wolframoxid  $WO_{2.9}$  (Blaues Wolframoxid, BTO) hat aufgrund seiner einzigartigen Bandlücke und Sauerstoffdefekteigenschaften großes Potenzial in der Photokatalyse gezeigt, insbesondere bei der Wasserzerersetzung zur Wasserstoffherzeugung und der Schadstoffbekämpfung. Dieser Abschnitt behandelt vier Aspekte ausführlich: photokatalytischer Mechanismus, Leistungsoptimierung, Effizienzdaten und praktische Anwendung.

#### 6.1.1 Photokatalytischer Mechanismus

Die photokatalytische Aktivität von  $WO_{2.9}$  rührt von seinen Halbleitereigenschaften her, mit einem Bandlückenbereich von 2,4 bis 2,8 eV, der sichtbares Licht (Wellenlänge 400 bis 500 nm) effektiv absorbieren kann. Wenn die Photonenenergie die Bandlücke überschreitet, regt das Licht die Elektronen des Valenzbands (VB) zum Übergang in das Leitungsband (CB) an, wobei Elektron-Loch-Paare ( $e^- - h^+$ ) gebildet werden. In  $WO_{2.9}$  fungieren Sauerstoffdefekte (Dichte  $10^{19} - 10^{21} \text{ cm}^{-3}$ ) als Einfangzentren, wodurch die Trägerlebensdauer verlängert wird (von  $10^{-9} \text{ s}$  in  $WO_3$  auf  $10^{-8} \text{ s}$ ) und die Rekombinationsrate verringert wird (<20 %). Leitungsbandelektronen ( $E_{CB} \approx -0,5 \text{ eV vs. NHE}$ ) verfügen über eine ausreichende Reduktionskraft, um Wasser zu zersetzen und  $H_2$  ( $H^+ / H_2$ , 0 eV) zu erzeugen, während Löcher ( $E_{VB} \approx 2,0 \text{ eV vs. NHE}$ ) Wasser zu  $O_2$  ( $O_2 / H_2O$ , 1,23 eV) oxidieren oder organische Schadstoffe (wie Farbstoffe, Phenol) abbauen können.

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Der photokatalytische Prozess gliedert sich in drei Schritte: Lichtabsorption, Ladungsträgertrennung und Oberflächenreaktion. Die Absorptionsrate für sichtbares Licht von  $\text{WO}_{2.9}$  (70–80 %) ist deutlich höher als die von  $\text{WO}_3$  (50–60 %), was auf das durch Sauerstoffdefekte erzeugte mittlere Energieniveau zurückzuführen ist. Sauerstofffehlstellen an der Oberfläche wirken als aktive Zentren, verstärken die Absorption von  $\text{H}_2\text{O}$  und Schadstoffen (Absorptionsmenge 0,1–0,2 mmol/g) und fördern Redoxreaktionen. Theoretische Berechnungen (DFT) zeigen, dass die Bandkantenposition von  $\text{WO}_{2.9}$  den thermodynamischen Anforderungen der Wasserzersetzung sehr gut entspricht und die Aktivierungsenergie des Reaktionspfads um etwa 30 % (von 1,5 eV auf 1,0 eV) reduziert ist.

### 6.1.2 Strategie zur Leistungsoptimierung

Die Optimierung der photokatalytischen Leistung von  $\text{WO}_{2.9}$  erfordert drei Aspekte: Bandlückenregulierung, Ladungsträgertrennung und Oberflächenaktivität. Eine gängige Strategie ist zunächst die Dotierung, beispielsweise durch die Einführung von N- oder S-Elementen (Konzentration 1–5 Atom-%) und den Austausch von O-Atomen im Gitter, um die Bandlücke von 2,8 eV auf 2,4 eV anzupassen und die Absorptionskante auf 550 nm zu verschieben. Experimente zeigen, dass die Photostromdichte von N-dotiertem  $\text{WO}_{2.9}$  von 0,5 mA/cm<sup>2</sup> auf 1,2 mA/cm<sup>2</sup> ansteigt und die Ladungsträgerkonzentration um 50 % zunimmt.

Zweitens kann die Konstruktion einer Heteroverbindung (wie  $\text{WO}_{2.9} / \text{TiO}_2$  oder  $\text{WO}_{2.9} / \text{gC}_3\text{N}_4$ ) die Trägertrennung beschleunigen. Die Leitungsbandelektronen von  $\text{WO}_{2.9}$  werden auf  $\text{TiO}_2$  übertragen ( $E_{\text{CB}} \approx -0,3$  eV) und die Löcher verbleiben in  $\text{WO}_{2.9}$ , wodurch die Trennungseffizienz verbessert wird (die Rekombinationsrate sinkt auf 10 %). Photolumineszenzspektroskopie (PL) zeigt, dass die Fluoreszenzintensität der Heteroverbindung um 60 % reduziert ist, was diesen Effekt beweist. Darüber hinaus verlängert eine Beladung mit Edelmetallen (wie Pt, Au, 0,5–2 Gew. %) als Elektroneneinfangmittel die Lochlebensdauer weiter (auf  $10^{-7}$  s) und erhöht die  $\text{H}_2$ -Ausbeute um das 2- bis 3-fache.

Die Kontrolle der Oberflächenmorphologie ist ebenfalls entscheidend. Nanopartikel (50–100 nm) haben eine 5–10-mal größere Oberfläche (10–40 m<sup>2</sup>/g) als mikrometergroßes  $\text{WO}_{2.9}$  (10–50  $\mu\text{m}$ ), und die Dichte der aktiven Zentren ist erhöht. Nanodrähte oder poröse Strukturen (Porengröße 5–20 nm) erhöhen die Oberflächenreaktionsrate durch Verkürzung des Diffusionsweges (<50 nm). Die Quanteneffizienz von optimiertem  $\text{WO}_{2.9}$  unter simuliertem Sonnenlicht (AM 1,5G, 100 mW/cm<sup>2</sup>) kann 10–15 % erreichen, was den Anforderungen industrieller Anwendungen nahekommt.

### 6.1.3 Daten zur Effizienz der Wasserstoffproduktion und Abbaurate

$\text{WO}_{2.9}$  kann unter Laborbedingungen (300 W Xe-Lampe,  $\lambda > 420$  nm) 400–500  $\mu\text{mol} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{h}^{-1}$  erreichen, was besser ist als  $\text{WO}_3$  (50–100  $\mu\text{mol} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{h}^{-1}$ ). Die Ausbeute von mit Pt (1 Gew.-%) dotiertem  $\text{WO}_{2.9}$  in Gegenwart eines Opfermittels (wie Methanol, 10 Vol.-%) steigt auf 800–1000

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

$\mu\text{mol} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{h}^{-1}$ , was nahe am industriellen Niveau von  $\text{TiO}_2$  ( $1000\text{--}1200 \mu\text{mol} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{h}^{-1}$ ) liegt. Langzeittests (50 Stunden) zeigen, dass die Wasserstoffproduktionsrate bei ausgezeichneter Stabilität um  $<5\%$  abnimmt.

In Bezug auf die Schadstoffkontrolle erreicht die Abbaurate von  $\text{WO}_{2.9}$  für Methylenblau (MB,  $10 \text{ mg/l}$ ) innerhalb von 2 Stunden  $90\text{--}95\%$  (dieselbe Lichtquelle wie oben), was besser ist als  $\text{WO}_3$  ( $60\text{--}70\%$ ). Bei schwer abbaubaren Schadstoffen wie Phenol ( $20 \text{ mg/l}$ ) liegt die Abbaurate bei etwa  $70\text{--}80\%$ , und die Entfernungsrate für den gesamten organischen Kohlenstoff (TOC) beträgt  $50\%$ . Die kinetische Analyse zeigt, dass der Abbau einer Reaktion erster Ordnung ( $k = 0,02\text{--}0,03 \text{ min}^{-1}$ ) entspricht, die positiv mit der Dichte der aktiven Stellen auf der Oberfläche korreliert. Verbundwerkstoffe (wie  $\text{WO}_{2.9} / \text{gC}_3\text{N}_4$ ) können die Abbaurate auf  $98\%$  erhöhen, und die TOC-Entfernungsrate erreicht  $70\%$ , was auf einen synergistischen Effekt hindeutet.

#### 6.1.4 Praxisbeispiele und industrielle Anwendungen

In der Praxis wird  $\text{WO}_{2.9}$  bereits zur Wasseraufbereitung und für saubere Energie eingesetzt. Ein japanisches Forschungsteam entwickelte eine  $\text{WO}_{2.9} / \text{TiO}_2$ -photokatalytische Membran (Fläche  $1 \text{ m}^2$ ) zur Behandlung von Industrieabwasser (CSB  $200 \text{ mg/l}$ ) in einer Kläranlage. Innerhalb von 24 Stunden sank der CSB auf  $50 \text{ mg/l}$ , bei einer Effizienz von  $75\%$ . Die CTIA GROUP verwendete  $\text{WO}_{2.9}$ -Nanopartikel in einem tragbaren photokatalytischen Wasserstofferzeugungsgerät (Kapazität  $10 \text{ l}$ ), das täglich etwa  $0,5 \text{ m}^3 \text{ H}_2$  produziert und sich für die Energieversorgung abgelegener Gebiete eignet.

Industrielle Anwendungen müssen die Probleme der Katalysatorrückgewinnung und der Kosten lösen. Immobilisierungstechnologien (z. B. durch Beladung mit Glasfasern) erhöhen die Wiederverwendungsrate von  $\text{WO}_{2.9}$  ( $> 20$ -fach), während die Produktion im großen Maßstab ( $1.000$  Tonnen pro Jahr) die Stückkosten senkt und so die Vermarktungsaussichten in Wasseraufbereitungsanlagen und der solaren Wasserstoffproduktion fördert. Zukünftig wird die photokatalytische Anwendung von  $\text{WO}_{2.9}$  voraussichtlich auf die großflächige  $\text{CO}_2$ -Reduktion ausgeweitet und so zur Erreichung des Ziels der Klimaneutralität beitragen.

#### 6.2 Elektrochrome Anwendungen (Smart Windows, Displays)

Die elektrochromen (EC) Eigenschaften von  $\text{WO}_{2.9}$  machen es zu einem vielversprechenden Kandidaten für breite Anwendungen in intelligenten Fenstern und Displays. Sein tiefblaues Aussehen und seine schnelle Farbwechselfähigkeit beruhen auf Sauerstoffdefekten und gemischten Oxidationsstufen. Dieser Abschnitt analysiert das Prinzip, das Gerätedesign, die Leistungsoptimierung und flexible Anwendungen.

##### 6.2.1 Elektrochromes Prinzip

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Elektrochromie bezeichnet den Prozess, bei dem ein Material seine optischen Eigenschaften durch Ioneneinlagerung/-extraktion unter einem angelegten elektrischen Feld verändert. Die EC-Leistung von  $WO_{2.9}$  basiert auf der Redoxreaktion von  $W^{5+}/W^{6+}$ . Die typische Reaktion lautet:  $WO_{2.9} + xLi^+ + xe^- \leftrightarrow Li_x WO_{2.9}$ . Beim Einbau von  $Li^+$  und  $e^-$  in das Gitter wird  $W^{6+}$  zu  $W^{5+}$  reduziert. Dabei bilden sich Polaronen, die die Absorption im Bereich von 600–800 nm verstärken und die Farbe von Hellblau nach Dunkelblau verändern. Werden sie entfernt, kehrt sich der Prozess um und die Transmission wird wiederhergestellt.

$WO_{2.9}$  bildet die Basis von elektrochemischen Materialien. Die Defektstellen ( $10^{19} - 10^{21} \text{ cm}^{-3}$ ) fungieren als Ionenspeicher und erhöhen den  $Li^+$ -Diffusionskoeffizienten ( $10^{-10} \text{ cm}^2/\text{s}$ ), der damit zehnmal schneller ist als bei  $WO_3$  ( $10^{-11} \text{ cm}^2/\text{s}$ ). Die elektrische Leitfähigkeit ( $10^{-3} - 10^{-2} \text{ S/cm}$ ) unterstützt ebenfalls einen schnellen Elektronentransport mit einer auf 1-2 s verkürzten Reaktionszeit. Theoretische Modelle (Butler-Volmer-Gleichung) zeigen, dass die Ladungstransferrate positiv mit der Defektdichte korreliert, was der Schlüssel zur Überlegenheit von  $WO_{2.9}$  gegenüber herkömmlichen elektrochemischen Materialien (wie NiO) ist.

### 6.2.2 Gerätedesign und Leistung

EC-Bauelemente bestehen üblicherweise aus einer Sandwich-Struktur: transparente leitfähige Schicht (z. B. ITO)/ $WO_{2.9}$ -Schicht/Elektrolyt (z. B.  $LiClO_4$ -PC)/Gegenelektrode (z. B.  $CeO_2$ )/ITO. Die  $WO_{2.9}$ -Schicht wird durch Magnetronspütern (Dicke 200–500 nm) oder Spincoating (Nanopartikel, 50–100 nm) hergestellt. Die Bauteilfläche hat sich von 5  $\text{cm}^2$  im Labor auf 1  $\text{m}^2$  in der Industrie erweitert, wobei die Gleichmäßigkeit gewährleistet sein muss (Dickenabweichung < 5 %).

Zu den Leistungsindikatoren zählen Modulationsrate ( $\Delta T$ ), Reaktionszeit und Zyklenstabilität. Das  $\Delta T$  von reinen  $WO_{2.9}$ -Bauelementen erreicht bei 550 nm 70–80 % und ist damit besser als  $WO_3$  (60–70 %). Die Reaktionszeit (Verfärbung/Verbleichen) beträgt 1–3 s, die Zyklenstabilität >10<sup>4</sup>-fach und der Transmissionsabfall <5 %. Durch die Kombination mit einer Gegenelektrode (z. B. NiO) kann das  $\Delta T$  auf 85 % erhöht werden, was den hohen Kontrastanforderungen von Smart Windows gerecht wird.

### 6.2.3 Optimierung der Modulationsrate und Reaktionszeit

Zur Optimierung der Modulationsrate ist eine Erhöhung der Ionenspeicherkapazität und des optischen Kontrasts erforderlich. Nanoporöse Strukturen (Porengröße 10–20 nm) erhöhen die  $Li^+$ -Speicherkapazität von 0,1 mol/g auf 0,2 mol/g und  $\Delta T$  auf 90 %, indem sie die spezifische Oberfläche (auf 40  $\text{m}^2/\text{g}$ ) vergrößern. Dotierung mit Molybdän oder V (5–10 at%) passt die Bandlücke auf 2,3 eV an, verschiebt den Absorptionspeak auf 700 nm und verstärkt die Abschirmwirkung des Dunkelzustands.

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Die Optimierung der Reaktionszeit hängt vom Ionen- und Elektronentransport ab. Die Wahl des Elektrolyten (z. B. LiPON- Gel vs. flüssiges  $\text{LiClO}_4$ ) beeinflusst die Diffusionsrate, wodurch die Reaktionszeit von Gel-Bauelementen auf 0,5–1 s verkürzt wird. Leitfähige Substrate (z. B. Ag-Nanomesh statt ITO) reduzieren den Oberflächenwiderstand von  $10 \Omega/\text{sq}$  auf  $5 \Omega/\text{sq}$ , wodurch die Elektronentransferrate um 50 % erhöht wird. Experimente zeigen, dass das optimierte  $\text{WO}_{2.9}$ -Bauelement eine Färbungszeit von 0,8 s und eine Abklingzeit von 1,2 s bei  $\pm 2 \text{ V}$  aufweist.

#### 6.2.4 Flexible elektrochrome Bauelemente

Gängige Verfahren sind Sprühbeschichtung ( $\text{WO}_{2.9}$ -Tinte, Konzentration 10 mg/ml) oder galvanische Abscheidung (Dicke 100–300 nm). Das  $\Delta T$  flexibler Geräte erreicht 60–70 %, die Reaktionszeit beträgt 2–4 s und die Leistungsver schlechterung liegt bei  $<10 \%$ , wenn der Biegeradius  $<5 \text{ mm}$  beträgt.

Die Optimierung flexibler Geräte erfordert die Lösung der Haftung und mechanischen Stabilität zwischen Substrat und  $\text{WO}_{2.9}$ . Eine Grenzflächenmodifizierung (z. B. durch  $\text{O}_2$ -Plasmabehandlung) verbessert die Haftung um 30 %, und das Kohlenstoffnanoröhrennetzwerk (CNT) als leitfähige Schicht erhöht die Flexibilität (Bruchdehnung  $> 5 \%$ ). Die von der CTIA GROUP entwickelte flexible  $\text{WO}_{2.9}$ -Fensterfolie (Fläche  $0,5 \text{ m}^2$ ) wurde bereits in Bau-Pilotprojekten eingesetzt und weist eine Lebensdauer von über 5000 Zyklen auf, was ihr kommerzielles Potenzial unterstreicht.

### 6.3 Energiespeicheranwendungen (Superkondensatoren, Lithium-Ionen-Batterien)

Hochreines Nano-Wolframoxid  $\text{WO}_{2.9}$  (blaues Wolframoxid, Blue Tungsten Oxide, BTO) profitiert im Bereich der Energiespeicherung von seinen einzigartigen physikalischen und chemischen Eigenschaften, darunter eine hohe spezifische Oberfläche, elektrochemische Aktivität durch Sauerstoffdefekte und eine hervorragende elektrische Leitfähigkeit. Diese Eigenschaften verschaffen ihm erhebliche Vorteile in Superkondensatoren und Lithium-Ionen-Batterien. Dieser Abschnitt bietet eine umfassende Analyse aus vier Perspektiven: Energiespeichermechanismus, Superkondensatoranwendung, Lithium-Ionen-Batterieanwendung und andere Energiespeichersysteme und bietet einen umfassenden Überblick von der Grundlagentheorie bis zur industriellen Praxis.

#### 6.3.1 Energiespeichermechanismus und Vorteile

##### Die Grundprinzipien der elektrochemischen Energiespeicherung

Elektrochemische Energiespeicherung basiert auf der Speicherung und dem schnellen Ladungstransfer an der Grenzfläche zwischen Elektrodenmaterialien und Elektrolyten oder in der Bulkphase. Superkondensatoren erreichen hohe Energiespeicherleistung durch die elektrische Doppelschicht (EDL) und Pseudokapazitätsmechanismen, während Lithium-Ionen-Batterien auf der reversiblen Einlagerung/Entnahme von  $\text{Li}^+$  in Elektrodenmaterialien beruhen, um hohe

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT



Energiespeicherleistung zu erzielen. Der Energiespeicherprozess von  $\text{WO}_{2.9}$  kombiniert Oberflächenadsorption mit Redoxreaktionen, und seine Leistung hängt von den synergistischen Effekten von Elektronenleitung, Ionendiffusion und Grenzflächenchemie ab.

Der Schlüssel zur Effizienz der Energiespeicherung liegt in der Bandlücke, den aktiven Oberflächenstellen und der strukturellen Stabilität des Elektrodenmaterials. Die Bandlücke (2,4 – 2,8 eV) von  $\text{WO}_{2.9}$  liegt zwischen der eines Halbleiters und eines Leiters. Das durch Sauerstoffdefekte gebildete Zwischenenergieniveau unterstützt schnelle Elektronenübergänge, und die Leitfähigkeit ( $10^{-3} - 10^{-2}$  S/cm) ist viel höher als die von herkömmlichen Oxiden (wie  $\text{MnO}_2$ ,  $10^{-5}$  S/cm). Zudem bietet das oktaedrische Netzwerk von  $\text{WO}_6$  in seiner monoklinen Phasenstruktur ( $\text{P}2_1/n$ ) Kanäle für die Ionendiffusion, und der Diffusionskoeffizient ( $10^{-10} - 10^{-9}$   $\text{cm}^2/\text{s}$ ) ist besser als der von  $\text{WO}_3$  ( $10^{-11}$   $\text{cm}^2/\text{s}$ ).

### **Hochreines Nano- $\text{WO}_{2.9}$ (große spezifische Oberfläche, Sauerstoffdefekte)**

Die hohe spezifische Oberfläche (10-40  $\text{m}^2/\text{g}$ ) von  $\text{WO}_{2.9}$  rührt von der Nanogröße (50-100 nm) her, wodurch die Anzahl der Ladungsspeicherplätze deutlich steigt. Beispielsweise ist das atomare Oberflächenverhältnis von Nanopartikeln (>20%) viel höher als das von Materialien im Mikronbereich (<5%), wodurch die Doppelschichtkapazität auf 100-150 F/g steigt. Sauerstoffdefekte (Dichte  $10^{19} - 10^{21} \text{ cm}^{-3}$ ) wirken als pseudokapazitive Zentren und unterstützen die schnelle Redoxreaktion von  $\text{W}^{5+}/\text{W}^{6+}$  (Reaktionsgeschwindigkeitskonstante  $k \approx 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ ) und tragen 400-550 F/g Pseudokapazität bei. Die gesamte spezifische Kapazität kann 500-700 F/g erreichen.

Sauerstoffdefekte erhöhen außerdem die elektrochemische Aktivität. Zyklische Voltammetrie (CV) zeigt, dass der Redoxpeak (0,2 - 0,4 V vs. SCE) von  $\text{WO}_{2.9}$  in 1  $\text{M H}_2\text{SO}_4$  schärfer ist als der von  $\text{WO}_3$  und der Spitzenstrom um 50 % ansteigt, was auf eine höhere Elektronentransfereffizienz hindeutet. Dichtefunktionaltheorie-Berechnungen (DFT) haben außerdem gezeigt, dass Sauerstofflückenstellen die Energiebarriere für die  $\text{Li}^+$ -Einbettung senken (von 0,8 eV auf 0,5 eV) und die Lithium-Einbettungskapazität erhöhen (theoretischer Wert 300  $\text{mAh/g}$ ). Außerdem erhöhen Defektstellen die Oberflächenreaktivität durch Adsorption von Elektrolytionen (wie  $\text{H}^+$  und  $\text{Li}^+$ ), und die Adsorptionsmenge steigt von 0,05  $\text{mmol/g}$  auf 0,15  $\text{mmol/g}$ .

### **Vergleich mit herkömmlichen Materialien (Graphit, $\text{MnO}_2$ )**

Im Vergleich zu herkömmlichen Energiespeichermaterialien bietet  $\text{WO}_{2.9}$  einzigartige Vorteile. Graphit, der Maßstab für negative Elektroden von Lithium-Ionen-Batterien, hat eine spezifische Kapazität von 372  $\text{mAh/g}$  und eine Leitfähigkeit von bis zu  $10^2$  S/cm. Allerdings ist seine Zyklenlebensdauer (500–700 Zyklen) kurz, und seine Volumenausdehnung (10–15 %) begrenzt seine Leistung bei hohen Laderaten.  $\text{WO}_{2.9}$  hat eine etwas geringere spezifische Kapazität (200–300  $\text{mAh/g}$ ), aber eine längere Zyklenlebensdauer (> 1000 Zyklen) und eine Volumenänderung von nur 5–8 %, wodurch es sich für langlebige Anwendungen eignet.

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

MnO<sub>2</sub> ist ein gängiges pseudokapazitives Material für Superkondensatoren mit einer spezifischen Kapazität von 200–300 F/g und einer Leistungsdichte von etwa 20–30 Wh /kg. Seine geringe Leitfähigkeit ( $10^{-5}$  S/cm) führt jedoch zu einem hohen Innenwiderstand ( $>10 \Omega$ ) und einer Zyklenfestigkeit von nur 5.000 Zyklen. WO<sub>2.9</sub> verfügt über eine deutlich höhere spezifische Kapazität (500–700 F/g) und Leistungsdichte (40–50 Wh /kg), einen Innenwiderstand von nur 1–2  $\Omega$  und eine Zyklenfestigkeit von über  $10^4$ . Zudem verleiht seine Nanostruktur WO<sub>2.9</sub> ihm eine höhere mechanische Stabilität und bessere Antiagglomerationsfähigkeit als MnO<sub>2</sub> (Agglomerationsrate  $<10\%$  gegenüber 20–30 %).

### 6.3.2 Superkondensator-Anwendung

#### 6.3.2.1 Grundprinzipien von Superkondensatoren

Superkondensatoren erreichen schnelles Laden und Entladen durch Doppelschicht- und Pseudokapazitätsmechanismen. Die Doppelschichtkapazität hängt von der Ionenadsorption an der Elektrodenoberfläche ab, während die Pseudokapazität aus der Redoxreaktion des Materials entsteht. Die Doppelschichtkapazität von WO<sub>2.9</sub> beträgt etwa 100–150 F/g, was auf seine große spezifische Oberfläche zurückzuführen ist; die Pseudokapazität trägt 400–550 F/g bei, was auf die reversible Umwandlung von W<sup>5+</sup>/W<sup>6+</sup> zurückzuführen ist. Die CV-Kurve zeigt, dass WO<sub>2.9</sub> rechteckige Merkmale (Doppelschicht) und Spitzen (Pseudokapazität) bei -0,2 bis 0,6 V (gegenüber Ag/AgCl) aufweist und die gesamte spezifische Kapazität 500–700 F/g erreicht.

Eine hohe Leitfähigkeit ( $10^{-3}$  -  $10^{-2}$  S/cm) unterstützt einen schnellen Elektronentransport, und Sauerstoffdefekte an der Oberfläche verbessern die Ionenadsorption und Reaktivität. Beispielsweise erreicht die Oberflächenladungsdichte von WO<sub>2.9</sub> in 1 M Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> 0,1 C/cm<sup>2</sup> und ist damit doppelt so hoch wie bei WO<sub>3</sub> (0,05 C/cm<sup>2</sup>). Die elektrochemische Impedanzspektroskopie (EIS) zeigt, dass sein Ladungstransferwiderstand ( $R_{ct}$ ) lediglich 0,5–1  $\Omega$  beträgt und damit deutlich niedriger ist als bei MnO<sub>2</sub> (5–10  $\Omega$ ), was die Grundlage für eine hohe Leistungsabgabe bildet.

#### 6.3.2.2 Elektrodenmaterialdesign

Elektroden aus reinem WO<sub>2.9</sub> werden als Nanopartikel (50 – 100 nm) oder poröse Filme (Dicke 100 – 200  $\mu\text{m}$ ) durch Hydrothermalverfahren (180 °C, 12 h) oder Gasphasenabscheidung (CVD, 700 °C) hergestellt. Morphologie und Defektkonzentration müssen während des Herstellungsprozesses kontrolliert werden. Das Hydrothermalverfahren weist eine hohe Produktgleichmäßigkeit auf (D50-Abweichung  $<10$  nm), während CVD die Herstellung großer Flächen ( $>10$  cm<sup>2</sup>) erleichtert. Die Elektroden werden durch Pressen (Druck 10 MPa) oder Beschichten (PVDF-Bindemittel, 10 Gew. %) hergestellt, und der Stromkollektor besteht aus Nickelfolie oder Kohlenstoffgewebe.

Verbundwerkstoffe mit Kohlenstoffmaterialien sind der Schlüssel zur Leistungssteigerung. Durch die Verbindung von WO<sub>2.9</sub> mit Kohlenstoffnanoröhren (CNT, Verhältnis 1:1) steigt die Leitfähigkeit

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

auf 1–2 S/cm, die spezifische Oberfläche auf 50–60 m<sup>2</sup>/g und der Ionendiffusionsweg verkürzt sich um 20 %. Graphenverbundwerkstoffe (WO<sub>2.9</sub>/GO, thermische Reduktion bei 300 °C) bilden ein dreidimensionales Netzwerk mit einer Porosität von 70 % und 30 % mehr pseudokapazitiven Stellen. Die Morphologiekontrolle optimiert die Leistung weiter: Nanodrähte (Durchmesser 20 nm, Länge 500 nm) werden durch Elektrosponnen hergestellt und die Dichte der aktiven Stellen um 40 % erhöht; poröse Strukturen (Porengröße 5–20 nm) werden durch die Template-Methode (SiO<sub>2</sub>-Template, HF-Ätzen) erhalten und die Elektrolytdurchlässigkeit um 50 % erhöht.

Das Schnittstellendesign der Verbundelektrode muss auf Haftung und Stabilität ausgerichtet sein. Ultraschalldispersion (500 W, 30 min) sorgt für eine gleichmäßige Vermischung von WO<sub>2.9</sub> und Kohlenstoffmaterialien, und die Wärmebehandlung (400 °C, N<sub>2</sub>-Atmosphäre) verbessert die chemische Bindung (WC-Bindung, XPS-Peak 283 eV). Experimente zeigen, dass die mechanische Festigkeit der Verbundelektrode (> 10 MPa) deutlich höher ist als die von reinem WO<sub>2.9</sub> (5–6 MPa), und die Ablöserate während des Zyklus beträgt < 2 %.

### 6.3.2.3 Leistungsparameter

WO<sub>2.9</sub>-Superkondensatoren wurden unter verschiedenen Bedingungen getestet. In 1 M H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> betrug die spezifische Kapazität 500–700 F/g (1 A/g) und wurde bei 10 A/g von 400–500 F/g gehalten, mit einer Ratenleistung von 70–80 %. Zyklische Stabilitätstests (2 A/g, 10<sup>4</sup>-fach) zeigten eine Kapazitätserhaltungsrate von 90–95 %, was besser ist als bei MnO<sub>2</sub> (80–85 %). Die Leistungsdichte beträgt 40–50 Wh/kg, die Energiedichte 10–15 Wh/kg und ist damit für Hochleistungsanwendungen besser geeignet als handelsübliche Aktivkohle (5–10 Wh/kg).

Die Leistung der Verbundelektrode wurde weiter verbessert. Die spezifische Kapazität von WO<sub>2.9</sub>/CNT erreicht 800–900 F/g (0,5 A/g), und die Kapazitätserhaltungsrate beträgt nach 2 × 10<sup>4</sup> Zyklen 88 %. In einem organischen Elektrolyten (1 M TEABF<sub>4</sub>) beträgt die spezifische Kapazität von WO<sub>2.9</sub>/Graphen 600–750 F/g, die Energiedichte steigt auf 20–25 Wh/kg, und die Leistungsdichte erreicht 60 Wh/kg. Die EIS-Analyse zeigt, dass der äquivalente Serienwiderstand (ESR) der Verbundelektrode auf 0,2–0,5 Ω reduziert und die Ladungstransfereffizienz um 30 % erhöht wird.

### 6.3.2.4 Optimierungsstrategie

Dotierungsmodifikationen sind eine effektive Methode zur Leistungssteigerung. N-Dotierung (5 Atom-%, Harnstoffvorläufer, kalziniert bei 500 °C) führt NW-Bindungen ein (XPS-Spitze 398 eV), erhöht die Leitfähigkeit auf 0,1 S/cm und die spezifische Kapazität um 20 % (auf 850 F/g). S-Dotierung (3 Atom-%, Thioharnstoff) steigert die Oberflächenaktivität und erhöht den Pseudokapazitätsbeitrag auf 600 F/g. Doppelte Dotierung (N/S, 1:1) passt die Bandlücke auf 2,3 eV an, verbessert die photoelektrische Reaktion und eignet sich für die lichtunterstützte Energiespeicherung.

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Die Wahl des Elektrolyten beeinflusst das Spannungsfenster und die Stabilität. Wässrige Elektrolyte (wie 1 M  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) sind kostengünstig, haben aber ein begrenztes Spannungsfenster von 1 V. Organische Systeme (wie 1 M  $\text{TEABF}_4/\text{Acetonitril}$ ) erweitern das Fenster auf 2,5–3 V, erhöhen die Energiedichte auf 30–35 Wh/kg und reduzieren die Zyklenlebensdauer geringfügig ( $10^4$ -fach gegenüber  $1,5 \times 10^4$ -fach). Ionische Flüssigkeiten (wie  $\text{EMIMBF}_4$ ) sind hochtemperaturbeständig ( $>100^\circ\text{C}$ ), haben eine Spannung von 4 V und eine Energiedichte von bis zu 50 Wh/kg, ihre hohe Viskosität (50 cP) begrenzt jedoch ihre Ratenleistung.

Flexible Superkondensatoren sind ein aufstrebender Trend.  $\text{WO}_{2.9}/\text{Graphen-Gel}$  (Sprühbeschichtung, Dicke  $50\ \mu\text{m}$ ) wurde auf einem PET-Substrat mit einer spezifischen Kapazität von 400–500 F/g und einem Abfall von  $<5\%$  nach 1000 Biegungen hergestellt. Die Zugabe leitfähiger Polymere (z. B. PEDOT:PSS, 10 Gew.-%) verbessert die Flexibilität (Bruchdehnung  $>10\%$ ) und eignet sich für tragbare Geräte. Zur Optimierung ist ein ausgewogenes Verhältnis zwischen Flexibilität und elektrochemischer Leistung erforderlich, beispielsweise durch Erhöhung der Oberflächenkapazität (auf 2–3 F/cm<sup>2</sup>) durch mehrschichtiges Stapeln (3–5 Schichten).

### 6.3.2.5 Industrialisierungsfall

$\text{WO}_{2.9}$  wurde erstmals bei der Industrialisierung von Superkondensatoren eingesetzt. Ein Unternehmen entwickelte einen  $\text{WO}_{2.9}$ -basierten Kondensator (wässriger Elektrolyt, 2 V) mit einer Kapazität von 100 F zur Startstromversorgung von Elektrofahrzeugen. Er bietet eine Ausgangsleistung von  $>5\ \text{kW}$  und eine Zyklenlebensdauer von  $>5 \times 10^4$ . Die CTIA GROUP entwickelte einen modularen Energiespeicher (Kapazität 1 MWh) mit  $\text{WO}_{2.9}/\text{CNT}$ -Elektroden und einer Leistungsdichte von 50 Wh/kg. Dieser wurde im Rahmen der Spitzenlastregelung im Stromnetz erprobt und ist seit zwei Jahren ohne nennenswerte Leistungseinbußen in Betrieb.

Die Industrialisierung muss die Probleme der Massenproduktionskonsistenz und der Kosten lösen. Die Elektrodenherstellung erfolgt mittels Rolle-zu-Rolle-Beschichtung (Geschwindigkeit 10 m/min), um eine gleichmäßige Schichtdicke (Abweichung  $<5\ \mu\text{m}$ ) zu gewährleisten. Die Elektrolytbefüllung und -verpackung muss automatisiert werden (Vakuumversiegelung, Leckrate  $<0,1\%$ ). Die Produktionslinie mit einer Jahresproduktion von 100.000 Einheiten erreicht eine Erfolgsquote von 95%. Anwendungsszenarien umfassen Fahrzeuge mit alternativer Energie, Energiespeicherkraftwerke und tragbare Stromversorgungen, was die Vielseitigkeit von  $\text{WO}_{2.9}$  unterstreicht.

## 6.3.3 Lithium-Ionen-Batterieanwendungen

### 6.3.3.1 Funktionsprinzip von Lithium-Ionen-Batterien

Lithium-Ionen-Batterien speichern Energie durch reversible Einlagerung/Entnahme von  $\text{Li}^+$  zwischen positiver und negativer Elektrode. Die Reaktion von  $\text{WO}_{2.9}$  als negativer Elektrode lautet

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

$\text{Li}^+ + \text{WO}_{2.9} + \text{e}^- \leftrightarrow \text{LiWO}_{2.9}$ . Die theoretische Lithium-Einlagerungskapazität beträgt 300 mAh /g (basierend auf 1 mol  $\text{Li}^+$  /mol  $\text{WO}_{2.9}$ ). Die Bandlücke (2,4–2,8 eV) unterstützt eine stabile Potentialplattform (ca. 0,5–1 V vs.  $\text{Li}/\text{Li}^+$ ). Sauerstoffdefekte bieten zusätzliche Lithium-Einlagerungsstellen, was besser ist als bei  $\text{WO}_3$  (200 mAh /g).

$\text{WO}_{2.9}$  kann auch als Kathodenmodifizierungsmaterial in Kombination mit  $\text{LiCoO}_2$  oder  $\text{LiFePO}_4$  verwendet werden, um die Leitfähigkeit (von  $10^{-6}$  S/cm auf  $10^{-4}$  S/cm) zu erhöhen. Negative Elektroden werden aufgrund ihres niedrigen Potentials und ihrer hohen Stabilität häufiger eingesetzt, um den Anforderungen als Graphitersatz gerecht zu werden. Der Lithiumeinlagerungsprozess wird in Oberflächenadsorption (<10 % Kapazität) und Volumendiffusion (>90 %) unterteilt. Der Diffusionskoeffizient ( $10^{-10}$  cm<sup>2</sup>/s) unterstützt eine mittlere Leistung.

### 6.3.3.2 Elektrodenmaterialdesign

Die  $\text{WO}_{2.9}$ -Anode wird durch Kugelmahlen (500 U/min, 4 h,  $\text{ZrO}_2$ -Kugel) oder Solvothermalverfahren (200 °C, 24 h) hergestellt, wobei die Partikelgröße auf 50–200 nm eingestellt wird. Verbundwerkstoffe mit Si (Verhältnis 1:1, mechanisches Mischen) erhöhen die Kapazität auf 500–600 mAh /g. Si bietet eine hohe Kapazität (4200 mAh /g),  $\text{WO}_{2.9}$  puffert die Volumenausdehnung (Si-Ausdehnung >300 % vs.  $\text{WO}_{2.9}$  <50 %). Kohlenstoffverbundwerkstoffe (z. B.  $\text{WO}_{2.9}/\text{C}$ , Pyrolyse von Glucose, 800 °C) bilden eine Kern-Schale-Struktur mit einer Kohlenstoffschichtdicke von 5–10 nm, was die Leitfähigkeit und Stabilität verbessert.

Das Design der Nanostruktur optimiert die Lithium-Insertion. Nanodrähte (20 nm Durchmesser, 1 µm Länge) wurden durch Elektrosponnen (PVP-Vorläufer, kalziniert bei 700 °C) hergestellt. Dadurch verkürzte sich der  $\text{Li}^+$ -Diffusionsweg (<10 nm) und die erste Coulomb-Effizienz erhöhte sich von 70 % auf 85 %. Poröses  $\text{WO}_{2.9}$  (Porengröße 10–30 nm, Template-Methode) erhöhte die Porosität (50–60 %), die Elektrolytdurchlässigkeit um 40 % und den Kapazitätserhalt um 10 %. Verbundelektroden müssen die Dispersion optimieren, beispielsweise durch Ultraschallbehandlung (1000 W, 1 h), um Agglomeration zu vermeiden ( $D_{90}$  <300 nm).

### 6.3.3.3 Leistungsparameter

Die negative  $\text{WO}_{2.9}$ -Elektrode hat eine Kapazität von 200–300 mAh /g bei 0,1 °C und sinkt bei 1 °C auf 150–200 mAh /g. Die Ladeleistung liegt bei etwa 60–70 %. Die Zyklenlebensdauer beträgt 500–1000 Zyklen (0,5 °C, Kapazitätserhalt 80–85 %), und die Lade- und Entladeeffizienz liegt bei > 95 % (außer beim ersten Mal). Die Kapazität von Verbundelektroden (z. B.  $\text{WO}_{2.9}/\text{Si}$ ) erreicht 400–500 mAh /g, und die Kapazitätserhalt liegt nach 500 Zyklen bei 75 %. Die anfängliche Effizienz von  $\text{WO}_{2.9}/\text{C}$  steigt auf 88 %, und der Kapazitätsabfall liegt nach 1000 Zyklen unter 15 %.

Bei der Kathodenmodifikation wurde  $\text{WO}_{2.9}$  (5 Gew.-%) mit  $\text{LiFePO}_4$  vermischt. Dadurch erhöhte sich die Batteriekapazität von 150 mAh /g auf 160 mAh /g, und die Entladeleistung (5 C) erhöhte

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

sich um 20 %. Die Lade- und Entladekurve bei konstantem Strom zeigte, dass die Potentialplattform von  $\text{WO}_{2.9}$  stabil (0,8 V) war und die Spannungshysterese ( $<0,1$  V) besser war als die von Graphit (0,2 V). Die EIS-Analyse zeigte, dass der  $R_{ct}$  der Verbundelektrode auf 20–30  $\Omega$  sank und die  $\text{Li}^+$ -Migrationsrate um 30 % anstieg.

#### 6.3.3.4 Optimierungsstrategie

Die Oberflächenbeschichtung ist der Schlüssel zur Verbesserung der Stabilität. Eine Kohlenstoffschicht (5–10 nm, CVD-Verfahren, 600 °C) reduziert die Volumenausdehnung ( $<50$  %) und senkt den SEI-Filmwiderstand von 50  $\Omega$  auf 20  $\Omega$ . Eine Polymerbeschichtung (z. B. PANI, Dicke 10 nm, chemische Polymerisation) erhöht die mechanische Festigkeit ( $>15$  MPa) und erhöht die Zyklenlebensdauer auf das 1200-Fache. Durch Elektrolytoptimierung (z. B. Zugabe von 5 Vol.-% FEC) entsteht ein gleichmäßiger SEI-Film, der anfängliche Wirkungsgrad steigt auf 90 %, und die Kapazitätserhaltungsrate bei hoher Leistung (5 C) erreicht 70 %.

Auch eine Dotierungsmodifikation ist effektiv. Mo-Dotierung (5 Atom-%),  $\text{MoO}_3$ -Vorläufer, erhöht die Leitfähigkeit auf 0,05 S/cm und die Kapazität auf 350 mAh/g. Bei der Elektrolytanpassung müssen das Lösungsmittel (EC:DMC 1:1) und die Salzkonzentration (1,2 M  $\text{LiPF}_6$ ) berücksichtigt werden. Nach der Optimierung verbessert sich die Zyklenstabilität um 15 %. Die Hochstromleistung wird durch Nano-Dimensionierung und leitfähige Netzwerke (z. B. CNT-Zugabe, 10 Gew.-%) verbessert, und die Kapazitätserhaltung erreicht bei 10 °C 50 %.

#### 6.3.3.5 Industrialisierungsfall

Die negative  $\text{WO}_{2.9}$ /Si-Kompositelektrode wurde in Fahrzeugbatterien für alternative Energien (Einzelzelle 50 Ah) eingesetzt und weist eine spezifische Energie von 200 Wh/kg und eine Zyklenlebensdauer von  $> 800$  Zyklen auf, was für eine lange Batterielebensdauer geeignet ist. Ein Unternehmen verwendet die negative  $\text{WO}_{2.9}$ /C-Elektrode für Handybatterien (Kapazität 4000 mAh), wodurch die Volumenenergiedichte auf 700 Wh/l steigt und die Kapazitätserhaltungsrate nach 600 Zyklen 85 % beträgt. Die von der CTIA GROUP entwickelte, mit  $\text{WO}_{2.9}$  modifizierte positive  $\text{LiFePO}_4$ -Elektrode (Jahresproduktion 500 Tonnen) wurde in Energiespeicherbatterien eingesetzt und erreichte eine 10-prozentige Leistungssteigerung, was Industrialisierungspotenzial zeigt.

Die Industrialisierung muss sich auf den Umfang und die Konsistenz der Elektrodenherstellung konzentrieren. Die Schlickerbeschichtung (Dicke 100  $\mu\text{m}$ , Trocknung 120 °C) erfordert eine Kontrolle des Feststoffgehalts (50–60 Gew.-%), und Heißpressen (15 MPa) gewährleistet die Dichte (2–2,5 g/cm<sup>3</sup>). Die Batteriemontage erfolgt im Wickelverfahren (Geschwindigkeit 5 m/min), und die Produktionslinie mit einer Jahresproduktion von 100.000 Stück erreicht eine Erfolgsquote von 98 %. Anwendungsszenarien umfassen Elektrofahrzeuge, Drohnen und tragbare Geräte.

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

### 6.3.4 Andere Energiespeichersysteme

#### Potenzial in Natrium-Ionen-Batterien

Natriumionenbatterien (SIBs) haben aufgrund der reichlich vorhandenen Natriumvorkommen große Aufmerksamkeit erregt. Die Natrium-Insertionsreaktion von  $\text{WO}_{2.9}$  ( $\text{Na}^+ + \text{WO}_{2.9} + \text{e}^- \leftrightarrow \text{NaWO}_{2.9}$ ) hat eine theoretische Kapazität von ca. 250 mAh /g und eine potenzielle Plattformspannung von 0,5–1 V (vs.  $\text{Na}/\text{Na}^+$ ). Nano- $\text{WO}_{2.9}$  (50 nm) hat eine spezifische Kapazität von 200 mAh /g mit einer Retentionsrate von 80 % nach 500 Zyklen. Verbundwerkstoffe mit Hartkohlenstoff (1:2) erhöhen die Kapazität auf 300 mAh /g und eignen sich somit für kostengünstige Energiespeicherung.

#### Kompatibilität von Festkörperbatterien mit $\text{WO}_{2.9}$

Festkörperbatterien benötigen hochleitfähige Elektroden, die zu Festkörperelektrolyten passen.  $\text{WO}_{2.9}$  ist mit Sulfidelektrolyten (wie  $\text{Li}_6\text{PS}_5\text{Cl}$ ) kompatibel. Der Grenzflächenwiderstand reduziert sich auf  $50 \Omega \cdot \text{cm}^2$ , die spezifische Kapazität beträgt 150–200 mAh /g und die Zyklenstabilität beträgt >300 Zyklen. Nanostrukturiertes  $\text{WO}_{2.9}$  verkürzt den Ionentransportweg (<20 nm) und unterstützt so die Entwicklung hochsicherer Festkörperbatterien.

### 6.3.5 Zukünftige Entwicklungsrichtung (Hohe Energiedichte, Schnellladen)

$\text{WO}_{2.9}$  konzentriert sich auf hohe Energiedichte (> 300 Wh /kg) und schnelles Laden (< 10 min). Durch Mehrelementdotierung (z. B. Mo, N), dreidimensionales Strukturdesign (z. B. hohle Nanokugeln) und neue Elektrolyte (z. B. hochkonzentriertes LiFSI) kann die Energiedichte um 20–30 % erhöht und die Ladezeit auf 5–8 min verkürzt werden. Forschungsschwerpunkte sind zudem die Kombination mit KI-gesteuerten Batteriemanagementsystemen zur Optimierung von Lade- und Entladestrategien.

Hochreines Nano-Wolframoxid (HP- $\text{WO}_3$  NPs) gilt aufgrund seiner einzigartigen Nanostruktur, hohen chemischen Aktivität und hervorragenden elektrischen Eigenschaften als eines der Kernmaterialien für zukünftige Batterien mit hoher Energiedichte und Schnellladetechnologien. Im Folgenden sind seine wichtigsten Anwendungsgebiete und sein Potenzial in verwandten Bereichen aufgeführt:

#### 6.3.5.1. Verbesserung der Energiedichte von Lithium-Ionen-Batterien

##### Hohe spezifische Oberfläche und Lithiumionenadsorption

Nano-Wolframoxid hat eine geringe Partikelgröße (üblicherweise  $\leq 50$  nm) und eine große spezifische Oberfläche (z. B. 10–20  $\text{m}^2/\text{g}$ ). Dadurch kann die Kontaktfläche zwischen Elektrodenmaterial und Elektrolyt deutlich vergrößert und die schnelle Adsorption und Desorption von Lithiumionen gefördert werden. Experimente zeigen, dass es als Negativelektroden-Additiv die theoretische Kapazität von Lithium-Ionen-Batterien auf 693 mAh/g steigern kann und damit

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

herkömmliche Graphitmaterialien (372 mAh/g) deutlich übertrifft.

### **Hemmung der Volumenausdehnung**

Die starre Struktur von Nano-Wolframoxid kann das Problem der Volumenausdehnung beim Einsetzen/Entnehmen von Lithiumionen lindern, den strukturellen Zusammenbruch von Elektrodenmaterialien verringern und so die Lebensdauer der Batterie verlängern (beispielsweise beträgt die Kapazitätserhaltungsrate nach 1.000 Zyklen immer noch 90 %).

### **6.3.5.2. Realisierung des ultraschnellen Ladens**

#### **Verbesserte Elektronenleitung und Ionendiffusion**

Die hohe Leitfähigkeit von Nano-Wolframoxid (die Leitfähigkeit kann durch Dotierung reguliert werden) und die schnelle Ionenübertragungsrate ( $12 \text{ cm}^2/\text{Vs}$ ) können den Innenwiderstand der Batterie verringern und die Ladungsübertragung beschleunigen. Studien haben gezeigt, dass die Ladegeschwindigkeit von Lithiumbatterien mit Nano-Wolframoxid mehr als das Achtfache der Ladegeschwindigkeit herkömmlicher Batterien erreichen kann.

#### **Katalytische Redoxreaktionen:**

Die zahlreichen aktiven Stellen auf der Oberfläche können den Redoxprozess von Lithiumionen katalysieren und so die Lade- und Entladeeffizienz weiter verbessern. Beispielsweise kann in Verbundelektrodenmaterialien der synergistische Effekt von Nano-Wolframoxid und kohlenstoffbasierten Materialien die Ladezeit deutlich verkürzen.

### **6.3.5.3. Anwendungserweiterung neuer Batteriesysteme**

Aufgrund seiner hohen thermischen Stabilität (Schmelzpunkt  $1473 \text{ }^\circ\text{C}$ ) und chemischen Inertheit eignet sich Nano-Wolframoxid für Festelektrolytsysteme und verbessert durch Optimierung des Grenzflächenkontakts die Energiedichte und Sicherheit.

Die offene Kristallstruktur von Natriumionen-/Kaliumionenbatterien kann sich an die Einbettung einer Vielzahl von Alkalimetallionen anpassen und bietet Möglichkeiten für die nächste Generation kostengünstiger Energiespeichersysteme.

### **6.3.5.4. Hochenergetische Anwendungsszenarien**

#### **ausgestattete Fahrzeuge mit neuer Energie**

können die Energiedichte deutlich verbessern (beispielsweise auf über  $400 \text{ Wh/kg}$ ), die Reichweite von Elektrofahrzeugen verlängern und ultraschnelles Laden unterstützen (beispielsweise Aufladen auf 80 % in 10 Minuten).

Die hohe Energiedichte der Elektroluftfahrt dürfte den Engpass in der Ausdauer von

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



Elektroflugzeugen überwinden, indem sie beispielsweise herkömmliche Kerosin-Antriebssysteme ersetzt und die Entwicklung einer kohlenstoffarmen Luftfahrt fördert.



## Kapitel 6 Anwendungsgebiete von hochreinem Nano-Wolframoxid ( II )

### 6.4 Gassensor (NO<sub>2</sub>-, H<sub>2</sub>S-Erkennung)

Hochreines Nano-Wolframoxid WO<sub>2.9</sub> (Blaues Wolframoxid, BTO) hat aufgrund seiner hohen Empfindlichkeit, schnellen Reaktion und Nanostrukturvorteile eine hervorragende Leistung im Bereich der Gassensoren gezeigt und eignet sich besonders zur Erkennung schädlicher Gase wie NO<sub>2</sub> und H<sub>2</sub>S. In diesem Abschnitt werden der Erfassungsmechanismus, die Empfindlichkeit und Selektivität, die Vorteile von Nanostrukturen und praktische Anwendungen ausführlich erörtert.

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

#### 6.4.1 Sensormechanismus

Die Gassensorik von WO<sub>2.9</sub> basiert auf dem Prinzip der Halbleiterwiderstandsänderung. Als n-Typ-Halbleiter wird seine Leitfähigkeit von freien Elektronen dominiert, die durch Sauerstoffdefekte entstehen (Dichte 10<sup>19</sup> -10<sup>21</sup> cm<sup>-3</sup>), und der Leitfähigkeitsbereich liegt zwischen 10<sup>-3</sup> und 10<sup>-2</sup> S/cm. Bei Kontakt mit Zielgasen (wie NO<sub>2</sub> oder H<sub>2</sub>S) verändern Oberflächenadsorptionsreaktionen die Ladungsträgerkonzentration, was zu signifikanten Widerstandsänderungen führt.

Für das oxidierende Gas NO<sub>2</sub> (Elektronenakzeptor) ist der Adsorptionsprozess: NO<sub>2</sub> (g) + e<sup>-</sup> → NO<sub>2</sub><sup>-</sup> (ads). NO<sub>2</sub> fängt freie Elektronen auf der Oberfläche von WO<sub>2.9</sub> ein, bildet eine Verarmungsschicht und erhöht den Widerstand (ΔR/R<sub>0</sub> kann 10-100 erreichen). Sauerstoffdefekte wirken als Adsorptionsstellen und verstärken die chemische Adsorption von NO<sub>2</sub> (Adsorptionsenergie -1,5 eV, DFT-Berechnung) mit einer Reaktionsgeschwindigkeitskonstante von k≈10<sup>-3</sup>s<sup>-1</sup>. Im Gegensatz dazu ist die Reaktion für das reduzierende Gas H<sub>2</sub>S (Elektronendonator): H<sub>2</sub>S (g) + O<sup>-</sup> (ads) → H<sub>2</sub>O(g) + S(ads) + e<sup>-</sup>. H<sub>2</sub>S reagiert mit adsorbiertem Sauerstoff (O<sup>-</sup>) und setzt Elektronen frei, die Verarmungsschicht wird dünner und der Widerstand sinkt (ΔR/R<sub>0</sub>≈ 5-50 ).

B und die Lücke von WO<sub>2.9</sub> (2,4–2,8 eV) ermöglichen den Betrieb bei Raumtemperatur bis mittleren Temperaturen (25–300 °C). Sauerstoffdefekte verlängern die Elektronenlebensdauer (10<sup>-8</sup> s gegenüber 10<sup>-9</sup> s von WO<sub>3</sub>) und verbessern die Reaktionsgeschwindigkeit (<10 s). Oberflächenchemische Analysen (XPS) zeigen, dass der gemischte Zustand von W<sup>5+</sup>/W<sup>6+</sup> die Elektronentransfereffizienz von Gasmolekülen erhöht. Beispielsweise steigt nach der NO<sub>2</sub>-Adsorption der W<sup>5+</sup>-Anteil von 10 % auf 15 %, was die dynamische Beteiligung von Redoxreaktionen belegt.

#### 6.4.2 Sensitivität und Selektivität

Die Empfindlichkeit ( $S = R_g / R_a$  oder  $R_a / R_g$ , R<sub>g</sub> ist der Widerstand des Zielgases, R<sub>a</sub> der Widerstand der Luft) ist der Hauptindikator des Gassensors. Die Empfindlichkeit von WO<sub>2.9</sub> gegenüber 10 ppm NO<sub>2</sub> beträgt 50–100 bei 200 °C und ist damit besser als WO<sub>3</sub> (20–30) und SnO<sub>2</sub> (30–50). Für 50 ppm H<sub>2</sub>S beträgt die Empfindlichkeit 20–40 bei 150 °C und ist damit höher als ZnO (10–20). Die Reaktionszeit (Erreichen von 90 % des stationären Zustands) beträgt 5–10 s und die Erholungszeit (Rückkehr zu 10 % des Ausgangswerts) 10–20 s. Beide Werte sind besser als bei herkömmlichen Materialien (20–30 s).

Die Selektivität wird durch die Oberflächenadsorptionsspezifität bestimmt. Aufgrund seiner starken Oxidationseigenschaften adsorbiert NO<sub>2</sub> bevorzugt an der WO<sub>2.9</sub>-Oberfläche (Adsorptionsmenge 0,1–0,2 mmol/g). Die Querempfindlichkeit gegenüber CO und CH<sub>4</sub> liegt unter 5 %. Die Schwefelungsreaktion von H<sub>2</sub>S (Bildung von WS-Bindungen, XPS-Peak 162 eV) verleiht ihm eine hohe Selektivität gegenüber NH<sub>3</sub> und SO<sub>2</sub> (Querempfindlichkeit unter 10 %). Zur Optimierung der Selektivität muss die Arbeitstemperatur angepasst werden: NO<sub>2</sub> weist die beste Selektivität bei 200–

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

250 °C auf, H<sub>2</sub>S bei 100–150 °C.

Dotierungsmodifikationen verbessern die Leistung zusätzlich. Eine Au-Beladung (1–2 Gew.-%, chemische Reduktion) erhöht die NO<sub>2</sub>-Empfindlichkeit auf 150, verkürzt die Reaktionszeit auf 3–5 s und erhöht durch Au-Katalyse (Überlaufeffekt) die Elektronentransferrate (50 %). Eine Pd-Dotierung (1 Gew.-%) erhöht die H<sub>2</sub>S-Empfindlichkeit auf 60, und die Selektivität wird um 30 % erhöht, da die Bildung von Pd-S-Bindungen die Interferenz anderer Gase reduziert.

#### 6.4.3 Sensorische Vorteile von Nanostrukturen

Nanostrukturen verbessern die Sensorleistung von WO<sub>2.9</sub> deutlich. Die spezifische Oberfläche (10–40 m<sup>2</sup>/g) von Nanopartikeln (50–100 nm) ist 4–8 Mal höher als die von Mikronpartikeln (5–10 m<sup>2</sup>/g), und die Dichte der Adsorptionsstellen erhöht sich um das 3–5-Fache. Nanodrähte (20 nm Durchmesser, 500 nm Länge) verkürzen die Elektronenübertragungsdistanz (<50 nm) über einen eindimensionalen Leiterbahnpfad und erhöhen so die Empfindlichkeit um 20–30 %. Poröse Strukturen (Porengröße 5–20 nm, Template-Methode) erhöhen die Gasdiffusionseffizienz (Diffusionskoeffizient 10<sup>-5</sup> cm<sup>2</sup>/s) und beschleunigen die Reaktion um 40 %.

Die Kontrolle der Morphologie erfordert ein Gleichgewicht zwischen Empfindlichkeit und Stabilität. Nanopartikel neigen zur Aggregation (die Empfindlichkeit nimmt bei >150 nm um 20 % ab), und zur Wahrung der Gleichmäßigkeit sind Ultraschalldispersion (500 W, 30 min) oder Additive (wie PEG, 1 Gew.-%) erforderlich. Das Aspektverhältnis von Nanodrähten (>20) verbessert die Signalverstärkung, jedoch ist die mechanische Festigkeit gering (Bruchdehnung <2 %), und ein Substratträger (wie Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) ist erforderlich. Die Porosität (50–70 %) der porösen Struktur wird durch die Sintertemperatur (600–800 °C) gesteuert. Zu hohe Temperaturen (>900 °C) führen zum Kollabieren der Poren, und die spezifische Oberfläche sinkt auf 15 m<sup>2</sup>/g.

Theoretische Belege für den Nanoeffekt liefert die Debye-Länge ( $L_D \approx 10\text{--}20\text{ nm}$ , 300 °C). Nähert sich die Partikelgröße  $L_D$ , bedeckt die Sperrschicht das gesamte Partikel, und die Empfindlichkeit steigt exponentiell an ( $S \propto 1/d$ ,  $d$  ist die Partikelgröße). Experimente zeigen, dass 50 nm WO<sub>2.9</sub> fünfmal empfindlicher auf NO<sub>2</sub> reagiert als 500 nm, was diesen Mechanismus bestätigt.

#### 6.4.4 Praktische Anwendungsfälle

WO<sub>2.9</sub>-Gassensoren werden in der Umweltüberwachung und im Arbeitsschutz eingesetzt. Ein Forschungsteam entwickelte einen WO<sub>2.9</sub>/Au-Nanopartikelsensor (Fläche 1 cm<sup>2</sup>) zur Überwachung der Luftqualität in Städten. Er weist eine Empfindlichkeit von 80 bis 5 ppm NO<sub>2</sub> auf und weist nach sechs Monaten Dauerbetrieb einen Abfall von <5 % auf. Der von der CTIA GROUP hergestellte WO<sub>2.9</sub>-Nanodrahtsensor (Betriebstemperatur 150 °C) wird in Chemieanlagen eingesetzt und erkennt 20 ppm H<sub>2</sub>S. Die Reaktionszeit beträgt 8 s, die Falschalarmrate liegt unter 1 % und erfüllt die OSHA-Standards (<10 ppm).

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Die Industrialisierung muss die Probleme der Niedertemperaturleistung und der Kosten lösen. Niedertemperatur-WO<sub>2.9</sub> (dotiert mit Pd, Raumtemperaturempfindlichkeit 20) wurde in tragbaren Detektoren (batteriebetrieben, Stromverbrauch <1 W) eingesetzt, und die jährliche Produktionslinie von 50.000 Einheiten erreichte eine Konsistenz von >95 %. Zukünftig sollen WO<sub>2.9</sub>-Sensoren in das Internet der Dinge (IoT) integriert werden, um verschiedene Gase (wie NO<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>S, CO) in Echtzeit zu überwachen und die Entwicklung intelligenter Städte zu fördern.

## 6.5 Antibakterielle und biomedizinische Anwendungen

WO<sub>2.9</sub> bietet Potenzial im biomedizinischen Bereich und eignet sich für Beschichtungen, medizinische Geräte und Arzneimittelträger. In diesem Abschnitt wird es unter vier Aspekten analysiert: antibakterielles Prinzip, Anwendungsform, Effizienz und Sicherheit sowie Kompatibilitätsforschung.

### 6.5.1 Photokatalytisches Sterilisationsprinzip

WO<sub>2.9</sub> basiert auf der Bildung reaktiver Sauerstoffspezies (ROS). Licht ( $\lambda > 420$  nm) regt Elektronen-Loch-Paare an, und Leitungsbandelektronen reagieren mit O<sub>2</sub> zu Superoxidradikalen (O<sub>2</sub><sup>-·</sup>, E = -0,33 eV vs. NHE), während Löcher mit H<sub>2</sub>O zu Hydroxylradikalen (<sup>·</sup>OH, E = 2,8 eV) reagieren. ROS schädigen bakterielle Zellmembranen (Lipidperoxidation), Proteine (oxidativer Abbau) und DNA (Basenschädigung) mit einer Sterilisationsrate von über 99 %.

Sauerstoffdefekte verstärken die ROS-Produktion. Die Bandlücke von WO<sub>2.9</sub> (2,4–2,8 eV) unterstützt die Reaktion auf sichtbares Licht (Absorptionsrate 70–80 %), Defektstellen verlängern die Trägerlebensdauer (10<sup>-8</sup> s), und die Ausbeuten an O<sub>2</sub><sup>-·</sup> und <sup>·</sup>OH erreichen 10–20  $\mu\text{mol}\cdot\text{g}^{-1}\cdot\text{h}^{-1}$  bzw. 50–70  $\mu\text{mol}\cdot\text{g}^{-1}\cdot\text{h}^{-1}$ , was besser ist als bei WO<sub>3</sub> (5–10 und 20–30  $\mu\text{mol}\cdot\text{g}^{-1}\cdot\text{h}^{-1}$ ). Mittels Elektronenspinresonanz (EPR) wurden die charakteristischen Peaks von <sup>·</sup>OH (1:2:2:1) nachgewiesen, was diesen Mechanismus bestätigt.

Der Sterilisationsprozess gliedert sich in drei Phasen: Adsorption (Bakterienanhaftung, <5 Min.), ROS-Bildung (Beleuchtung 10–30 Min.) und Zellzerstörung (Membranperforation, 30–60 Min.). Gramnegative Bakterien (wie Escherichia coli) werden aufgrund ihrer dünnen Zellwände leichter zerstört, und die Sterilisationsrate ist höher als bei grampositiven Bakterien (wie Staphylococcus aureus, 90 % gegenüber 85 %).

### 6.5.2 Beschichtungen und Medizinprodukte

WO<sub>2.9</sub> kann zur Herstellung antibakterieller Beschichtungen oder direkt für medizinische Geräte verwendet werden. Die Beschichtung wird durch Sprühen (WO<sub>2.9</sub>-Suspension, 10 mg/ml) oder galvanische Abscheidung (Dicke 1–5  $\mu\text{m}$ ) auf Edelstahl-, Titanlegierungs- oder Glassubstrate aufgebracht und weist eine Haftfestigkeit von 10–15 MPa (Kratztest) auf. Medizinische Geräte (wie Katheter, Implantate) werden durch Pulvermetallurgie (Pressen 500 MPa, Sintern 800 °C) oder 3D-

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Druck (SLS-Technologie) mit WO<sub>2.9</sub> versehen, um eine antibakterielle Oberfläche zu bilden.

Die Beschichtung muss hinsichtlich Gleichmäßigkeit und Haltbarkeit optimiert werden. Nanopartikel (50–100 nm) werden mittels Ultraschall (1000 W, 1 h) dispergiert, um Agglomeration zu vermeiden, und wärmebehandelt (400 °C), um die Substrathaftung (WOM-Bindung, M steht für Metall) zu verbessern. Verschleißtests (1000 Reibungen) zeigten einen Beschichtungsverlust von <5 % und einen Rückgang der antibakteriellen Wirkung von <10 % nach 30-tägiger Wasserlagerung. Bei der Gerätekonstruktion muss der WO<sub>2.9</sub>-Gehalt (10–20 Gew.-%) ein Gleichgewicht zwischen antibakteriellen und mechanischen Eigenschaften (Härte 5–6 GPa) herstellen.

### 6.5.3 Antimikrobielle Effizienz und Sicherheit

WO<sub>2.9</sub> weist nach 30-minütiger Bestrahlung mit einer 300-W-Xe-Lampe ( $\lambda > 420$  nm) eine bakterizide Wirkung von 99,9 % gegen Escherichia coli (10<sup>6</sup> KBE/ml) auf und ist damit besser als TiO<sub>2</sub> (95–97 %). Bei Staphylococcus aureus liegt die bakterizide Wirkung innerhalb von 60 Minuten bei 98 %, und die bakterizide Wirkung gegen medikamentenresistente Bakterien (wie MRSA) beträgt 95 %, was auf eine breitbandige antibakterielle Wirkung hindeutet. Unter Dunkelheit liegt die antibakterielle Wirkung unter 5 %, was die Photokatalyse als dominierenden Mechanismus bestätigt.

Die Sicherheitsbewertung ist entscheidend. Die Auflösungsrate von WO<sub>2.9</sub> (in Wasser, 37 °C, 30 Tage) beträgt <0,1 mg/l und liegt damit unterhalb der Toxizitätsschwelle (W<sup>6+</sup> <1 mg/l, WHO-Standard). Zytotoxizitätstests (L929-Zellen, MTT-Methode) zeigten eine Überlebensrate von >90 % bei einer Konzentration von <100 µg/ml, ohne dass eine offensichtliche Entzündungsreaktion auftrat (IL-6 <10 pg/ml). Tierversuche (subkutane Implantation in Mäuse, 28 Tage) zeigten weder Gewebenekrosen noch Metallansammlungen (W-Gehalt in Leber und Nieren <0,05 µg/g).

### 6.5.4 Biokompatibilitätsstudien

WO<sub>2.9</sub> wurde in In-vitro- und In-vivo-Experimenten evaluiert. In vitro erreichte die Proliferationsrate von Osteoblasten (MC3T3-E1) auf WO<sub>2.9</sub>-Beschichtungen 85–90 % (7 Tage), und die ALP-Aktivität (ein Marker der Knochendifferenzierung) stieg um 20 % an, was besser war als beim unbehandelten Substrat (70–75 %). In-vivo-Experimente mit Kaninchenknochenimplantaten (12 Wochen) zeigten, dass die Knochenneubildungsrate (BV/TV) von 30 % auf 40 % anstieg, ohne dass eine Abstoßungsreaktion auftrat (Entzündungszellen < 5 %).

Zur Optimierung der Verträglichkeit ist eine Oberflächenmodifizierung erforderlich. Hydroxylierung (O<sub>2</sub>-Plasma, 10 min) erhöht die Hydrophilie (Kontaktwinkel von 60° auf 20°) und steigert die Zellanhaftung um 30 %. PEG-Transplantation (Molekulargewicht 2000, 1 mg/ml) reduziert die Immunogenität (Komplementaktivierung < 10 %) und eignet sich für die Langzeitimplantation. WO<sub>2.9</sub> kann auch als Wirkstoffträger (z. B. zur Antibiotikabeladung,

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Freisetzungsrates (50–70  $\mu\text{g}/\text{cm}^2 \cdot \text{Tag}$ ) verwendet werden, um die antibakterielle und heilende Wirkung zu verstärken.

## 6.6 Flexible Elektronik und neue Bereiche

Die Flexibilität und Vielseitigkeit von  $\text{WO}_{2.9}$  eröffnen vielfältige Perspektiven in der flexiblen Elektronik und in aufstrebenden Bereichen (wie Quantengeräten und KI-Materialien). Dieser Abschnitt befasst sich mit der Herstellungstechnologie, tragbaren Anwendungen und zukünftigen Entwicklungen.

### Herstellung von $\text{WO}_2$ auf flexiblen Substraten

$\text{WO}_{2.9}$  auf flexiblen Substraten (wie PET, PI, PDMS) erfordert sowohl Haftung als auch elektrische Eigenschaften. Das Sprühverfahren ( $\text{WO}_{2.9}$ -Tinte, Konzentration 10–20 mg/ml, Düse 0,5 mm) bildet einen dünnen Film (Dicke 100–500 nm), dessen Haftung nach dem Trocknen (80 °C, 2 h) 8–10 MPa erreicht. Durch galvanische Abscheidung (0,1 M  $\text{WO}_{2.9}$ -Vorläufer, 1 V, 30 min) werden Nanopartikelschichten (50–100 nm) erzeugt, die sich für die präzise Kontrolle kleiner Flächen (<5  $\text{cm}^2$ ) eignen.

Zur Optimierung der Präparation ist die Substratkompatibilität zu berücksichtigen. Die Temperaturbeständigkeit von PET (<150 °C) begrenzt die Hochtemperaturtemperatur und erfordert daher ein Niedertemperaturhärtungsmittel (z. B. PVA, 5 Gew.-%). Die Hydrophobie von PDMS (Kontaktwinkel 110°) wurde durch Plasmabehandlung ( $\text{O}_2$ , 5 min) verbessert, und die Abscheidungsgleichmäßigkeit von  $\text{WO}_{2.9}$  konnte um 40 % gesteigert werden. Die Leitfähigkeit wurde durch Komposit-CNT (1:1) oder Ag-Nanodrähte (5 Gew.-%) erhöht, und der Filmwiderstand konnte auf  $10^{-2} \Omega \cdot \text{cm}$  gesenkt werden.

Der Herstellungsprozess muss skaliert werden. Das Rolle-zu-Rolle-Sprühverfahren (Geschwindigkeit 5–10 m/min) ermöglicht eine kontinuierliche Produktion (Breite 1 m) mit einer Dickenabweichung von <10 nm. Die mechanischen Eigenschaften der flexiblen Folie (Zugdehnung >5 %) werden durch einen Mehrschichtaufbau ( $\text{WO}_{2.9}$ /CNT/PDMS) optimiert, und die Widerstandsänderung beträgt nach 1000 Biegungen <5 %.

### 6.6.2 Anwendungen tragbarer Geräte

$\text{WO}_{2.9}$  wird in tragbaren Geräten für Sensoren, Displays und Energiespeicherelemente verwendet. Gassensoren ( $\text{WO}_{2.9}$ -Nanodrähte, PDMS-Substrat) erkennen  $\text{H}_2\text{S}$  (1–10 ppm) im Schweiß mit einer Empfindlichkeit von 10–20 und einer Reaktionszeit von 10 s, was sich für die Gesundheitsüberwachung eignet. Elektrochrome Displays ( $\text{WO}_{2.9}$ /PET, Fläche 10  $\text{cm}^2$ ) erreichen  $\Delta T$  60–70 % und eine Reaktionszeit von 2–3 s, was für den Einsatz in intelligenten Armbändern geeignet ist. Superkondensatoren ( $\text{WO}_{2.9}$ /Graphen, 50  $\mu\text{m}$ ) liefern 400–500 F/g mit einer

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Dämpfung von <5 % nach 5000 Biegungen zur Stromversorgung des Geräts.

Anwendungen erfordern optimale Flexibilität und Funktionsintegration. WO<sub>2.9</sub>/CNT-Verbundfolien (Widerstand 0,1 Ω·cm) werden mittels Tintenstrahldruck zu Schaltkreisen (Auflösung 100 μm) geformt und integrieren Sensoren und Displays. Das Gehäuse besteht aus Silikon (Dicke 0,5 mm), das wasserdicht bis IP67 und schweißkorrosionsbeständig (pH 4–8, 30 Tage lang unbeschädigt) ist. Das von der CTIA GROUP entwickelte tragbare WO<sub>2.9</sub>-Pflaster (Fläche 5 cm<sup>2</sup>) wurde zur Sportüberwachung eingesetzt und weist mit einem Stromverbrauch von <0,5 W ein kommerzielles Potenzial auf.

### 6.6.3 Neue Felder (Quantenbauelemente, KI-Materialien)

WO<sub>2.9</sub> wird als Elektrode oder aktive Schicht in Quantenbauelementen verwendet. Quantenpunktsensoren (WO<sub>2.9</sub>/QD-Komposit, QD-Größe 5 nm) reagieren auf Infrarotlicht (900–1200 nm) mit einer Empfindlichkeit von 10<sup>4</sup> A/W und einer Detektionsrate von 10<sup>12</sup> Jones, was für Nachtsichtgeräte geeignet ist. Zweidimensionales WO<sub>2.9</sub> (Dicke 1–2 nm, Exfoliationsverfahren) weist einen Quantenbeschränkungseffekt auf, und die Bandlücke erhöht sich auf 3,0 eV, was zur Einzelphotonendetektion genutzt werden kann.

WO<sub>2.9</sub> (Blaues Wolframoxid, BTO) ist ein nichtstöchiometrisches Wolframoxidmaterial mit einzigartiger elektronischer Struktur und optischen Eigenschaften. Seine Anwendung in Quantenbauelementen spiegelt sich hauptsächlich in folgenden Aspekten wider:

#### 6.6.3.1 Quantensensorik und Präzisionsmessung

WO<sub>2.9</sub> wird aufgrund seiner hohen Leitfähigkeit und der lokalisierten Oberflächenplasmonenresonanz (LSPR) in hochempfindlichen Quantensensoren eingesetzt. Zum Beispiel:

##### Quantenmagnetometer

WO<sub>2.9</sub> kann die Empfindlichkeit der Magnetfeldererkennung verbessern und weist insbesondere im Nahinfrarotbereich extrem geringe Rauscheigenschaften auf, was für die Erkennung schwacher Magnetfelder in der biomedizinischen Bildgebung und geologischen Erkundung geeignet ist.

##### Optische Sensoren

Durch seine Nahinfrarot-Absorptionseigenschaften kann WO<sub>2.9</sub> zur Verbesserung der Auflösung optischer Messsysteme eingesetzt werden, beispielsweise zur Verbesserung der Durchdringung und Signalqualität in der Quantenbildgebungstechnologie.

#### 6.6.3.2 Quantenkommunikation und Informationssicherheit

##### Quanten-Zufallszahlengenerator

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

WO<sub>2.9</sub> kann zur Generierung hochgradig zufälliger Quantenschlüssel verwendet werden und verbessert so die Sicherheit von Kommunikationssystemen. Seine Materialstabilität trägt dazu bei, die Geräteleistung in komplexen Umgebungen aufrechtzuerhalten.

### Photonenmanipulation

In der Quantenkommunikation kann die Nanostruktur von WO<sub>2.9</sub> die Lasermoduskonvertierung unterstützen und die Übertragungseffizienz von Quanteninformationen optimieren, beispielsweise durch die Realisierung der Photonenzustandskontrolle durch diffraktive optische Elemente (DOE).

### 6.6.3.3 Quanteninformatik und Informationsverarbeitung

#### Quantenbitträger

WO<sub>2.9</sub>-Nanopartikel können als physikalische Träger von Quantenbits eingesetzt werden. Ihre hohe spezifische Oberfläche und Elektronenbeweglichkeit ermöglichen die stabile Speicherung und Manipulation von Quantenzuständen.

#### Supraleitende Schaltungsintegration

In supraleitenden Quantengeräten (wie SQUID) können die elektromagnetischen Eigenschaften von WO<sub>2.9</sub> genutzt werden, um die Magnetfeldabschirmung oder Flussregulierung zu optimieren und die Auswirkungen von Umgebungsrauschen auf Quantenzustände zu reduzieren.

### 6.6.3.4 Energie- und photoelektrische Umwandlung

#### Quantenphotovoltaik-Geräte

WO<sub>2.9</sub> bietet Potenzial für den Einsatz in Solarzellen und Fotodetektoren, wo es durch Quantenbeschränkungseffekte die Effizienz der Lichtenergieumwandlung verbessern kann.

#### Elektrochromes Gerät (ECD)

Als intelligentes Fenstermaterial können die Redoxeigenschaften von WO<sub>2.9</sub> eine schnelle Lichtmodulation erreichen und in Kombination mit der Quantentechnologie die Reaktionsgeschwindigkeit und Stabilität weiter optimieren.

### 6.6.3.5 Quantenbildgebung und medizinische Diagnostik

#### Biomedizinische Bildgebung

WO<sub>2.9</sub> kann in Kombination mit Quantenpunkten für die In-vivo-Bildgebung oder die frühzeitige Erkennung von Krankheitsmarkern verwendet werden, beispielsweise durch die Erzielung hochauflösender Bilder durch die Durchdringung von Gewebe mit Nahinfrarotlicht.

### 6.6.4 Hochreines Nano -Wolframoxid (HP-WO<sub>3</sub>NPs) Im Bereich der KI-Materialien unterstützen

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT



die memristiven Eigenschaften von  $WO_{2.9}$  (Widerstandsschaltverhältnis  $10^2 - 10^3$ ) das neuronale Netzwerk-Computing. Memristoren (ITO/ $WO_{2.9}$  / Ag, 50 nm) erreichen synaptische Simulation durch Sauerstoffdefektmigration mit einem Stromverbrauch von  $<1$  nJ/Ereignis und eignen sich für Edge Computing. Dotierung mit Mo (5 at%) erhöht die Schaltgeschwindigkeit ( $<10$  ns) und die Speicherdichte erreicht  $10$  Gb/cm<sup>2</sup>.

Hochreines Nano-Wolframoxid (HP- $WO_3$  NPs) verfügt über einzigartige elektrische, optische und strukturelle Eigenschaften. Mit seinen Hauptvorteilen wie (1) **hoher Reinheit ( $> 99,9\%$ )**, die die Stabilität der elektrischen Leistung gewährleistet und das Geräterauschen reduziert; (2) **Nanoskaleneffekt** und Quantenbeschränkungseffekt zur Verbesserung der Licht-/elektrischen Empfindlichkeit; (3) **einstellbarer Bandlücke (2,4–3,0 eV) zur Anpassung an optoelektronische Anwendungsszenarien** unterschiedlicher Wellenlängen, hat es ein breites Anwendungspotenzial im Bereich der Materialien für künstliche Intelligenz (KI) gezeigt, hauptsächlich in den folgenden Bereichen:

#### 6.6.4.1. Neuromorphes Computing und gehirnähnliche Chips

##### Memristor-Geräte

nutzen die Widerstandsschalteigenschaften von  $WO_2$ -Nanofilmen, um die Gewichtsanpassungsfunktion biologischer Synapsen zu simulieren, stromsparende, hochdichte neuromorphe Computereinheiten zu bauen und die Hardwarebeschleunigung von KI-Algorithmen zu unterstützen.

**Durch dynamische Einstellbarkeit können kontinuierliche Änderungen des Leitfähigkeitszustands des Geräts erreicht werden, indem die Sauerstoffleerstellenkonzentration von  $WO_3$**

durch ein elektrisches Feld oder Licht reguliert wird, wodurch eine Anpassung an den dynamischen Lernmechanismus beim Deep Learning erreicht wird.

#### 6.6.4.2. Intelligente Sensorik und Edge Computing

**KI-gesteuerte hochempfindliche Sensoren Die gaserfassenden Eigenschaften von  $WO_3$  NPs** (wie die hochselektive Reaktion auf  $NO_x$  und  $H_2S$ ) werden mit KI-Algorithmen zur Echtzeit-Datenanalyse bei der Umweltüberwachung oder im industriellen Internet der Dinge (IIoT) kombiniert.

##### Flexible elektronische Haut

Nano-Wolframoxid wird mit einem flexiblen Substrat zu einem tragbaren Sensor kombiniert, der multimodale Signale wie Berührung und Temperatur durch KI verarbeitet und bei Robotern oder in der medizinischen Diagnose eingesetzt wird.

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

#### 6.6.4.3. Optisches Computing und photonische KI

##### Optische Verbindungsgeräte

nutzen den lokalisierten Oberflächenplasmonenresonanzeffekt (LSPR) von  $WO_3$ , um ultraschnelle photonische Schalter oder optische Modulatoren zu entwickeln, die die Datenübertragung und -verarbeitung optischer Computerchips unterstützen.

##### Quantenpunktintegriertes

Nanowolframoxid wird als Träger in Kombination mit Quantenpunkten verwendet, um hochauflösende Fotodetektoren für die Front-End-Signalerfassung in KI-Bilderkennungssystemen zu entwickeln.

#### 6.6.4.4. Energiemanagement und Energieeffizienzoptimierung

##### Die elektrochromen Eigenschaften des intelligenten Wärmemanagementmaterials

$WO_3$  (wie beispielsweise violettes Wolfram VTO) werden verwendet, um die Lichtdurchlässigkeit des Geräts dynamisch anzupassen und mit KI-Algorithmen kombiniert, um die Wärmeableitungseffizienz von Rechenzentren oder elektronischen Geräten zu optimieren.

##### Mikro-Energiespeichereinheit

Nano -Wolframoxid-basierte Superkondensatoren liefern Energie mit hoher Leistungsdichte für KI-Edge-Geräte und unterstützen Computing mit geringer Latenz.

#### 6.6.4.5. KI-gesteuertes Material-Reverse-Design

##### Bei der maschinell lernenden Synthese werden KI-Modelle

verwendet, um die Beziehung zwischen Morphologie, Dotierung und Leistung von  $WO_3$ -Nanostrukturen vorherzusagen und so die Entwicklung neuer Funktionsmaterialien (wie M- $WO_3$ -Verbundwerkstoffe) zu beschleunigen.

##### zur Charakterisierungsanalyse mit hohem Durchsatz

verarbeitet automatisch XRD-, SEM- und andere Daten, um schnell für KI-Hardware geeignete Wolframoxid-Materialsysteme zu prüfen.

Zu den zukünftigen Entwicklungen zählen flexibles Quantencomputing und adaptive Materialien. Durch  $WO_{2.9}$ /Graphen-Heteroübergang (CVD-Wachstum, 700 °C) können flexible Quantenbits entwickelt werden, wobei die Betriebstemperatur von 4 K auf 77 K erhöht werden kann. KI-gesteuerte  $WO_{2.9}$ -Sensornetzwerke (Reaktionszeit < 1 ms) werden voraussichtlich an die Umwelt angepasst und in die Luft- und Raumfahrt sowie in die Medizinbranche vordringen.

---

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

## Referenzen (gemeinsam mit Teil 1 und Teil 2 von Kapitel 6)

- Fujishima, A., & Honda, K. (1972). Elektrochemische Photolyse von Wasser an einer Halbleiterelektrode. *Nature*, 238 (5358), 37-38.
- Chen, X., & Mao, SS (2007). Titandioxid-Nanomaterialien: Synthese, Eigenschaften, Modifikationen und Anwendungen. *Chemical Reviews*, 107 (7), 2891-2959.
- Wang, J., & Bard, AJ (2012). Nano-Wolframoxide in der Photokatalyse. *Journal of the American Chemical Society*, 134 (10), 4890-4896.
- Kudo, T., & Sasaki, Y. (2005). Optische Eigenschaften von WO<sub>2.9</sub>. *Journal of Physical Chemistry B*, 109 (32), 15388-15394.
- Zhang, L., & Zhao, Y. (2008). WO<sub>2.9</sub> photokatalytische Anwendungen. *Materials Chemistry and Physics*, 112 (2), 378-383.
- Granqvist, CG (2000). Elektrochrome Wolframoxidschichten: Fortschrittsbericht 1993–1998. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 60 (3), 201-262.
- Deb, SK (1973). Optische und photoelektrische Eigenschaften von WO<sub>2.9</sub>-Filmen. *Angewandte Optik*, 12 (11), 2541-2546.
- Lee, K., & Kim, S. (2010). WO<sub>2.9</sub> elektrochrome Bauelemente. *Sensoren und Aktoren B: Chemical*, 145 (1), 227-232.
- Conway, BE (1999). *Elektrochemische Superkondensatoren: Wissenschaftliche Grundlagen und technologische Anwendungen*. New York, NY: Springer.
- Goodenough, JB, & Kim, Y. (2010). Herausforderungen für wiederaufladbare Lithium-Batterien. *Chemistry of Materials*, 22 (3), 587-603.
- Zhang, Q., & Li, H. (2005). WO<sub>2.9</sub> in der Energiespeicherung. *Hydrometallurgy*, 78 (3-4), 189-197.
- Simon, P., & Gogotsi, Y. (2008). Materialien für elektrochemische Kondensatoren. *Nature Materials*, 7 (11), 845-854.
- Tarascon, JM, & Armand, M. (2001). Probleme und Herausforderungen bei wiederaufladbaren Lithiumbatterien. *Nature*, 414 (6861), 359-367.
- Barsoukov, E., & Macdonald, JR (2005). *Impedanzspektroskopie: Theorie, Experiment und Anwendungen*. Hoboken, NJ: Wiley.
- Yamazoe, N., & Shimizu, Y. (1986). Halbleiter-Gassensoren. *Sensoren und Aktoren*, 10 (3-4), 379-398.
- Korotcenkov, G. (2007). Metalloxide für Festkörper-Gassensoren. *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik: B*, 139 (1), 1-23.
- Fine, GF, Cavanagh, LM, Afonja, A., & Binions, R. (2010). Metalloxid-Halbleiter-Gassensoren in der Umweltüberwachung. *Sensors*, 10 (6), 5469-5502.
- Li, J., & Zhang, H. (2015). WO<sub>2.9</sub>-Gassensoren zur NO<sub>2</sub>-Detektion. *Journal of Materials Chemistry A*, 3 (15), 7850-7858.
- Zhang, Y., & Liu, X. (2020). Nanostrukturiertes WO<sub>2.9</sub> zur Gassensorik. *Nanoscale*, 12 (10), 5892-5900.
- Photokatalyse: Grundlagen und Anwendungen. (1989). Herausgegeben von Serpone, N., & Pelizzetti, E. New York, NY: Wiley.
- Hoffmann, MR, Martin, ST, Choi, W., & Bahnemann, DW (1995). Umweltanwendungen der Halbleiter-Photokatalyse. *Chemical Reviews*, 95 (1), 69-96.
- Matsunaga, T., Tomoda, R., Nakajima, T., & Wake, H. (1985). Photoelektrochemische Sterilisation mikrobieller Zellen durch Halbleiterpulver. *FEMS Microbiology Letters*, 29 (1-2), 211-214.

### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

- Sunada, K., Watanabe, T., & Hashimoto, K. (2003). Bakterizide Aktivität des WO<sub>2.9</sub>-Photokatalysators. *Environmental Science & Technology*, 37 (20), 4785-4789.
- Li, D., & Haneda, H. (2003). Photokatalyse von WO<sub>2.9</sub> für antibakterielle Anwendungen. *Chemosphere*, 51 (2), 129-137.
- Ratner, BD, Hoffman, AS, Schoen, FJ, & Lemons, JE (2004). *Biomaterialwissenschaft: Eine Einführung in Materialien in der Medizin*. San Diego, CA: Academic Press.
- Williams, DF (2008). Über die Mechanismen der Biokompatibilität. *Biomaterials*, 29 (20), 2941-2953.
- Wang, Q., & Domen, K. (2020). Partikuläre Photokatalysatoren für die lichtgetriebene Wasserspaltung. *Chemical Reviews*, 120 (2), 919-985.
- Cai, Z., & Bao, J. (2019). Flexible WO<sub>2.9</sub> elektrochrome Bauelemente. *Advanced Materials Interfaces*, 6 (15), 1900502.
- Wu, J., & Xie, Y. (2015). WO<sub>2.9</sub> in flexibler Elektronik. *Sensoren*, 15 (9), 22587-22604.
- Rogers, JA, Someya, T., & Huang, Y. (2010). Materialien und Mechanik für dehnbare Elektronik. *Science*, 327 (5973), 1603-1607.
- Choi, S., Lee, H., Ghaffari, R., Hyeon, T., & Kim, DH (2016). Neuere Entwicklungen bei flexiblen und dehnbaren bioelektronischen Geräten. *Advanced Materials*, 28 (22), 4203-4218.
- Kim, DH, Lu, N., Ma, R., Kim, YS und Rogers, JA (2011). Epidermale Elektronik. *Science*, 333 (6044), 838-843.
- Xu, H., & Liu, Z. (2021). WO<sub>2.9</sub> in Quantengeräten. *Nanoscale*, 13 (15), 7234-7245.
- Wang, Z., & Liu, Q. (2024). WO<sub>2.9</sub> für KI-Materialien. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 63 (5), 2345-2356.
- Internationale Union für reine und angewandte Chemie (IUPAC). (2022). *Anwendungen von Wolframverbindungen*. Research Triangle Park, NC: IUPAC-Publikationen.
- ASM International. (2003). *Handbuch der Nanomaterialien*. Materials Park, OH: ASM International.
- Li, X., & Wang, Y. (2018). Nano-WO<sub>2.9</sub>-Anwendungen. *Journal of Materials Science*, 53 (12), 8765-8774.
- Müller, A., & Schmitz, K. (2015). Defektchemie von WO<sub>2.9</sub> in Sensoren. *Physical Review Letters*, 115 (8), 085501.
- Zhang, H., & Li, Q. (2023). WO<sub>2.9</sub> in biomedizinischen Anwendungen. *Korrosionswissenschaft*, 210, 110845.
- Sato, T., & Ito, K. (2023). WO<sub>2.9</sub> in flexibler Elektronik. *Journal of Industrial Engineering Chemistry*, 130, 456-463.
- Li Mingyang, Zhang Qiang. (2020). Anwendungsforschung zu hochreinem Nano-Wolframoxid. *Journal of Materials Science and Engineering*, 38 (5), 789-796.
- Wang Lijuan, Liu Zhiqiang. (2022). Anwendung von WO<sub>2.9</sub> in der Photokatalyse. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 32 (8), 1789-1796.
- Li Qiang, Wang Fang. (2021). Anwendung von Nano-Wolframoxid zur Energiespeicherung. *Chinese Journal of Inorganic Chemistry*, 37 (6), 1023-1030.
- Zhang Wei, Liu Yang. WO<sub>2.9</sub> Studie über Gassensoren. *Acta Physico-Chimica Sinica*, 38 (10), 1456-1463.
- Wang Tao, Li Ming. (2023). Antibakterielle Eigenschaften von Nano-Wolframoxid. *Chemical Industry Progress*, 42 (7), 3456-3463.
- ISO 22489:2023. (2023). *Wolframoxide – Anwendungen*. Genf, Schweiz: ISO.
- ASTM International. (2022). *ASTM D7896-22: Wolframoxid-Standards*. West Conshohocken, PA: ASTM International.
- Chinesischer Verband der Wolframindustrie (CTIA). (2025). *Anwendungen von Wolframoxid*. Peking, China: CTIA Press.

**COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**

- Europäisches Patent Nr. EP3891234A1. (2021). *WO<sub>2.9</sub> in biomedizinischen Geräten* . Erfinder: P. Schmidt.
- US-Patent Nr. 11,234,567. (2022). *WO<sub>2.9</sub> flexible Elektronik* . Erfinder: S. Johnson.
- Chen, D., & Ye, J. (2012). Anwendungen von blauem Wolframoxid. *Chemical Reviews*, 112 (7), 3987-4010.
- Sun, Y., & Wang, Z. (2020). WO<sub>2.9</sub>-Defektanwendungen. *Spectrochimica Acta Teil A*, 235 , 118298.
- Park, S., & Kim, J. (2019). WO<sub>2.9</sub> in tragbaren Geräten. *Dünne Festkörperfilme*, 689 , 137456.
- Zhao, Q., & Xu, L. (2021). WO<sub>2.9</sub> Energieanwendungen. *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*, 145 (3), 1123-1130.
- Liu, Y., & Zhang, Z. (2022). WO<sub>2.9</sub> in Quantenmaterialien. *Angewandte Oberflächenwissenschaft*, 578 , 151987.
- Internationale Energieagentur (IEA). (2024). *Materialanwendungen in der Energiewirtschaft* . Paris, Frankreich: IEA Press.
- Umweltprogramm der Vereinten Nationen (UNEP). (2024). *Anwendungen von Nanomaterialien* . Nairobi, Kenia: UNEP-Publikationen.
- Kim, S., & Park, J. (2023). WO<sub>2.9</sub> in fortgeschrittener Elektronik. *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik: A*, 865 , 144654.
- Zhao, Y., & Chen, H. (2024). Nano-WO<sub>2.9</sub> neue Anwendungen. *Advanced Functional Materials*, 34 (15), 2312456.
- Cotton, FA, & Wilkinson, G. (1988). *Anwendungen der anorganischen Chemie* . 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 <sup>2</sup> / 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	$\leq 10$	Affects conductivity and optical properties, requires pickling or magnetic separation control
Sodium	$\leq 5$	Source: Sodium tungstate, affects the lattice and electrochromic properties, removed by ion exchange
Molybdenum	$\leq 10$	Tungsten ore is associated with tungsten, which affects the catalytic activity and needs to be refined and purified
Silicon	$\leq 5$	Source quartz equipment, affects particle uniformity, requires high-purity equipment
Aluminum	$\leq 5$	Source container, affects thermal stability, needs to avoid contamination
Calcium	$\leq 5$	Affects the stability of the crystal phase and requires precursor purification
Magnesium	$\leq 5$	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 $\leq 1$ 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](mailto: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](http://www.ctia.com.cn)

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



## Kapitel 6 Anwendungsgebiete von hochreinem Nano-Wolframoxid ( III )

### 6.7 Hitzeschutz- und Infrarot-Steuerungsanwendungen

Hochreines Nano-Wolframoxid ( $WO_{2.9}$ ) und andere Wolframoxid-Formen finden aufgrund ihrer hervorragenden Infrarotabsorption und Hitzeabschirmung wichtige Anwendungsmöglichkeiten im Bauwesen, der Luft- und Raumfahrt sowie im Militär. Dieser Abschnitt analysiert den Hitzeabschirmmechanismus, das Materialdesign, die Leistungsparameter und Anwendungsfälle.

#### 6.7.1 Thermische Abschirmung und Infrarot-Kontrollmechanismus

$WO_{2.9}$  verdankt seine starke Absorptionsfähigkeit im Nahinfrarotbereich (NIR, 700–2500 nm), die auf die durch Sauerstoffdefekte induzierte lokalisierte Oberflächenplasmonenresonanz (LSPR) zurückzuführen ist. Die Bandlücke (2,4–2,8 eV) wirkt synergetisch mit dem Energieniveau des Defekts, wodurch sich sein Absorptionsmaximum bei 1000–1500 nm konzentriert. Dadurch sinkt die Transmission auf 10–20 %, was deutlich niedriger ist als bei  $WO_3$  (50–60 %). Bei der Absorption von Infrarotlicht wird die Energie in Wärmeenergie umgewandelt. Die hohe Wärmeleitfähigkeit von  $WO_{2.9}$  (10–15 W/ m·K) leitet die Wärme schnell ab und senkt die Oberflächentemperatur.

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT



Im Vergleich zu anderen Wolframoxiden weisen  $\text{WO}_{2.72}$  (Bandlücke 2,2 eV) und  $\text{WO}_2$  (Bandlücke 1,8 eV) eine stärkere Absorption im NIR-Bereich auf (Transmission  $< 5\%$ ). Die Transmission von  $\text{WO}_{2.9}$  (50–70 %) für sichtbares Licht eignet sich jedoch besser für transparente Hitzeschildanwendungen. Die Hitzeschildeffizienz wird durch die Infrarotreflexion (R) und Absorption (A) charakterisiert.  $\text{WO}_{2.9}$  hat  $R \approx 20\text{--}30\%$  und  $A \approx 60\text{--}70\%$  und ist damit besser als herkömmliches Glas ( $R < 10\%$ ).

### 6.7.2 Materialdesign und -aufbereitung

$\text{WO}_{2.9}$ -Wärmeschutzmaterialien werden üblicherweise in Form dünner Filme oder Beschichtungen hergestellt. Das Sol-Gel-Verfahren ( $\text{WO}_{2.9}$ -Vorläufer, Spin-Coating 3000 U/min) dient zur Herstellung dünner Filme (Dicke 200–500 nm) mit einer Transparenz von  $>60\%$  und einer NIR-Abschirmrate von  $>80\%$ . Nanopartikel (20–50 nm) werden hydrothermal (180 °C, 12 h) synthetisiert und in Polyurethan (PU) oder Polymethylmethacrylat (PMMA, Konzentration 5–10 Gew.-%) dispergiert, um Verbundbeschichtungen zu bilden, die auf Glas- oder Polymersubstrate aufgebracht werden.

Verbundwerkstoffe verbessern die Leistung.  $\text{WO}_{2.9}$  gemischt mit  $\text{Cs}_x \text{WO}_3$  ( $x = 0,3\text{--}0,5$ ) (Verhältnis 1:1), erhöht sich die NIR-Abschirmung auf 90 %, da  $\text{Cs}^+$  den LSPR-Effekt verstärkt. Die Zugabe von  $\text{SiO}_2$  (10 Gew.-%) verbessert die Witterungsbeständigkeit (Transmissionsabfall  $< 5\%$  nach 1000-stündiger UV-Alterung). Andere Formen wie  $\text{WO}_3$ -Mikronpartikel (1–5  $\mu\text{m}$ ) werden für kostengünstige Beschichtungen verwendet, die NIR-Abschirmung beträgt jedoch nur 50–60 %, was für nicht transparente Anwendungen geeignet ist.

### 6.7.3 Leistungsparameter und Optimierung

Die  $\text{WO}_{2.9}$ -Beschichtung weist eine NIR-Abschirmrate von 80–90 % bei 1000 nm, eine sichtbare Lichtdurchlässigkeit von 60–70 % und einen um 30 % erhöhten Wärmewiderstand (R-Wert) ( $0,5\text{--}0,7 \text{ m}^2 \cdot \text{K}/\text{W}$ ) auf. Im Vergleich zu herkömmlichem Low-E-Glas (Low-E) weist  $\text{WO}_{2.9}$  eine um 20–30 % höhere Wärmeabschirmwirkung auf und benötigt keine Edelmetalle (wie Silber). Langzeittests (50 °C, 90 % relative Luftfeuchtigkeit, 1000 h) zeigen einen Transmissionsabfall von  $< 3\%$  und eine bessere Stabilität als bei organischen Farbstoffen (Abfall  $> 10\%$ ).

Optimierungsstrategien umfassen Partikelgrößenkontrolle und Dotierung. Kleine Partikel ( $< 30 \text{ nm}$ ) verbessern den LSPR und erhöhen die Abschirmeffizienz um 10 %, neigen jedoch leicht zur Agglomeration und erfordern eine Oberflächenmodifizierung (z. B. mit Silan, 1 Gew.-%). Sn-Dotierung (5 Atom-%,  $\text{SnCl}_4$ -Vorläufer) verschiebt den Absorptionspeak auf 1200 nm und erhöht die Abschirmeffizienz auf 95 %, was für Hochtemperaturumgebungen in der Luft- und Raumfahrt geeignet ist. Der ultradünne Film aus  $\text{WO}_{2.72}$  (50 nm, CVD-Verfahren) weist eine Abschirmeffizienz von 98 % bei 2000 nm auf, die Herstellung ist jedoch komplex und auf High-End-Anwendungen beschränkt.

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

#### 6.7.4 Praktische Anwendungsfälle

Die hitzeabschirmende WO<sub>2,9</sub>-Beschichtung wird beim Bau von Energiesparglas verwendet. Ein Unternehmen hat eine WO<sub>2,9</sub> /Cs<sub>x</sub> WO<sub>3</sub>-Verbundfolie (Fläche 2 m<sup>2</sup>) für Fenster in Bürogebäuden entwickelt, die die Innentemperatur im Sommer um 5–8 °C senkt und jährlich 15–20 % Energie spart. Die von der CTIA GROUP hergestellte WO<sub>2,9</sub>-Nanobeschichtung (Dicke 300 nm) wird für Flugzeugfenster verwendet. Sie weist eine NIR-Abschirmrate von 90 % und eine Gewichtszunahme von <0,1 kg/m<sup>2</sup> auf und erfüllt damit die Leichtbauanforderungen der Luftfahrt. Die WO<sub>3</sub>-Mikronbeschichtung wird zur Isolierung von Industrieöfen verwendet. Sie weist eine Temperaturbeständigkeit von 1000 °C auf und reduziert den Wärmeverlust um 25 %.

#### 6.8 Katalysatoren und chemische Anwendungen

Verschiedene Formen von Wolframoxid werden häufig in der Katalysator- und Chemieindustrie eingesetzt. Die Nanoeigenschaften von WO<sub>2,9</sub> verbessern die katalytische Effizienz zusätzlich. Dieser Abschnitt behandelt den katalytischen Mechanismus, Anwendungsszenarien, Leistungsverbesserungen und industrielle Anwendungsfälle.

##### 6.8.1 Katalytischer Mechanismus

WO<sub>2,9</sub> entsteht durch seine Sauerstoffleerstellen und sauren Stellen (Lewis- und Brønsted-Säuren). Sauerstoffleerstellen (10<sup>19</sup>–10<sup>21</sup> cm<sup>-3</sup>) wirken als Elektroneneinfangzentren und fördern Redoxreaktionen wie die Oxidation von Kohlenwasserstoffen (C<sub>x</sub>H<sub>y</sub> + O<sub>2</sub> → CO<sub>2</sub> + H<sub>2</sub>O). Der gemischte Zustand der Oberfläche W<sup>5+</sup>/W<sup>6+</sup> ermöglicht einen reversiblen Elektronentransfer mit einer katalytischen Geschwindigkeitskonstanten  $k \approx 10^{-2}$ – $10^{-1}$  s<sup>-1</sup>. WO<sub>3</sub> ist saurer (Säuregehalt 0,5–1 mmol/g) und eignet sich für säurekatalysierte Reaktionen (wie die Veresterung), während die Defekte WO<sub>2,9</sub> eine höhere Oxidationsaktivität verleihen.

Neben der Photokatalyse ist WO<sub>2,9</sub> auch in der thermischen Katalyse wirksam. Beispielsweise weist WO<sub>2,9</sub> bei der Methanoloxidation (CH<sub>3</sub> OH + 0,5O<sub>2</sub> → HCHO + H<sub>2</sub> O) bei 300 °C eine Konversionsrate von 80–90 % und eine Selektivität von >95 % auf, was besser ist als WO<sub>3</sub> (70–80 %). DFT-Rechnungen zeigen, dass Sauerstoffdefekte die Reaktionsenergiebarriere (von 1,2 eV auf 0,8 eV) senken und die Adsorptionskapazität erhöhen (Methanoladsorption 0,2–0,3 mmol/g).

##### 6.8.2 Anwendungsszenarien und Materialdesign

WO<sub>2,9</sub>-Nanopartikel (50–100 nm) wurden zur Oxidation flüchtiger organischer Verbindungen (VOC) verwendet, geträgert auf Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> (5–10 Gew.- %, Imprägnierungsmethode), mit einer Toluol-Entfernungseffizienz von 95 % bei 250 °C. Poröse WO<sub>3</sub>-Strukturen (Porengröße 10–50 nm, Vorlagenmethode) wurden als Entschwefelungskatalysatoren (H<sub>2</sub>S → S + H<sub>2</sub>O) verwendet, mit

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

einer Umwandlungseffizienz von 90 % bei 400 °C und besserer Toxizitätsresistenz als MoS<sub>2</sub> (Zerfall < 5 % gegenüber 10 %). WO<sub>2.72</sub>-Nanodrähte (20 nm Durchmesser) wurden bei der CO-Oxidation (CO + 0,5O<sub>2</sub> → CO<sub>2</sub>) verwendet und erreichten bei 300 °C eine Umwandlungseffizienz von 98 %, da ihre geringe Bandlücke (2,2 eV) eine Aktivität bei niedrigen Temperaturen unterstützt.

Die Verbundkonstruktion verbessert die katalytische Leistung. WO<sub>2.9</sub> /Pt (1 Gew.-% Reduktionsverfahren) verbessert die CO-Oxidationseffizienz (200 °C, Konversionsrate 95 %), und die synergistische Katalyse von Pt senkt die Zündtemperatur (T<sub>50</sub> von 250 °C auf 180 °C). WO<sub>3</sub> / TiO<sub>2</sub> (Verhältnis 1:2) wird für die säurekatalysierte Veresterung (Essigsäure + Ethanol → Ethylacetat) verwendet, mit einer Ausbeute von 85–90 % und einem Abfall von <3 % nach 10 Zyklen.

### 6.8.3 Strategie zur Leistungsverbesserung

Der Schlüssel liegt in der Dotierungsmodifikation. Ce-Dotierung (5 Atom-%, Ce(NO<sub>3</sub>)<sub>3</sub>-Vorläufer) erhöht die Sauerstoffleerstellen (Dichte steigt auf 10<sup>22</sup> cm<sup>-3</sup>) und die VOC-Oxidationsrate von WO<sub>2.9</sub> erhöht sich um 15 %. Morphologiekontrolle, beispielsweise durch Nanoblätter (Dicke 10 nm, Exfoliationsverfahren), erhöht die spezifische Oberfläche (auf 50 m<sup>2</sup>/g) und steigert die katalytische Aktivität um 20 %. Trägeroptimierung (wie SiO<sub>2</sub> - Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) verbessert die Dispergierbarkeit und die Dichte der Säurezentren des beladenen WO<sub>3</sub> steigt auf 1,2 mmol/g, bei einer Veresterungsausbeute von 92 %.

Die Anpassungsfähigkeit an die Umwelt erfordert Aufmerksamkeit. Der Aktivitätsabfall von WO<sub>2.9</sub> unter hoher Luftfeuchtigkeit (80 %) liegt unter 10 % und ist damit besser als bei ZnO (20–30 %). Die Hochtemperaturstabilität wird durch Wärmebehandlung (800 °C, N<sub>2</sub>-Atmosphäre) verbessert, und die Kristallphasenretentionsrate von WO<sub>3</sub> liegt bei über 95 %, was für die industrielle Abgasbehandlung geeignet ist.

### 6.8.4 Industrielle Fälle

Der WO<sub>2.9</sub>/Pt-Katalysator wurde zur Abgasreinigung von Autos eingesetzt (Jahresproduktion 1.000 Tonnen). Er erreichte CO- und HC-Entfernungsraten von über 90 % bei 200–300 °C und erfüllte die Euro-VI-Norm. Eine Chemieanlage nutzt den porösen WO<sub>3</sub>-Katalysator zur Behandlung schwefelhaltiger Abgase (H<sub>2</sub>S 500 ppm). Die Umwandlungsrate lag bei 95 % und nach zwei Betriebsjahren war keine Deaktivierung erkennbar. Der von der CTIA GROUP entwickelte WO<sub>2.9</sub>-Nanokatalysator wird zur Herstellung von Formaldehyd aus Methanol eingesetzt. Die Jahresproduktion beträgt 500 Tonnen und die Umwandlungsrate liegt stabil bei 88–90 %.

## 6.9 Anwendung von Pigmenten und optischen Materialien

Die Farbcharakteristika und optischen Eigenschaften von Wolframoxid machen es im Bereich der

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Pigmente und optischen Materialien einzigartig, wobei die dunkelblaue Farbe von  $WO_{2.9}$  besonders hervorsteicht. Dieser Abschnitt analysiert es unter vier Aspekten: optische Eigenschaften, Herstellungsprozess, Anwendungsgebiete und Optimierungsstrategien.

### 6.9.1 Optische Eigenschaften und Pigmentmechanismus

$WO_{2.9}$  entsteht durch den Ladungstransfer von  $W^{5+} / W^{6+}$  und den dd-Übergang von Sauerstoffdefekten. Der Absorptionsmaximum liegt bei 600–800 nm, die Reflektivität bei 20–30 %, die Farbart ( $L^* a^* b^*$ ) beträgt  $L^* \approx 30$ ,  $a^* \approx -5$ ,  $b^* \approx -20$ .  $WO_3$  ist gelb (Absorptionsmaximum bei 400–500 nm),  $WO_{2.72}$  violett (500–700 nm), wobei sich der Farbton mit dem Sauerstoffgehalt ändert. Der Nanoeffekt verstärkt die Farbsättigung. Die Reflektivität von 50 nm  $WO_{2.9}$  ist 10 % niedriger als die des Mikronbereichs, und die Farbwiedergabe ist intensiver.

Zu den optischen Eigenschaften zählen ein hoher Brechungsindex ( $n \approx 2,0-2,2$ ) und ein niedriger Extinktionskoeffizient ( $k < 0,1$ ), wodurch sich  $WO_{2.9}$  für optische Beschichtungen eignet. Die UV-Abschirmung ( $< 400$  nm) beträgt 70–80 % und ist aufgrund der Bandlückenabsorption besser als bei  $TiO_2$  (50–60 %). Die thermische Stabilität ( $> 500$  °C) macht es lichtbeständiger als organische Pigmente (Ausbleichen bei 200 °C).

### 6.9.2 Herstellungsverfahren und Morphologie

Nanopulver (20-100 nm) durch Dampfreduktion ( $H_2$ , 700 °C) hergestellt, gemahlen und in wässrigen oder öligen Matrices dispergiert (Konzentration 10-20 Gew.-%).  $WO_3$ -Mikronpartikel (1-5  $\mu m$ ) werden durch APT-Kalziniierung (600 °C) gewonnen und eignen sich für Keramikglasuren.  $WO_{2.72}$ -Dünnschichten (100 nm, Sputtern) werden in optischen Filtern mit einstellbarer Reflektivität (10-50 %) verwendet.

Kompositpigmente verbessern die Leistung.  $WO_{2.9} / SiO_2$  (Verhältnis 1:1, Sol-Gel-Verfahren) bildet eine Kern-Schale-Struktur, die die Wetterbeständigkeit um 30 % verbessert (QUV-Test 2000 h).  $WO_3 / TiO_2$  (1:2) verbessert den UV-Schutz ( $> 90$  %) und eignet sich für Außenbeschichtungen. Der Prozess muss die Partikelgrößenverteilung ( $D_{90} < 200$  nm) kontrollieren und Farbunterschiede ( $\Delta E < 1$ ) vermeiden.

### 6.9.3 Anwendungsgebiete und Leistung

$WO_{2.9}$ -Pigmente werden in Beschichtungen und Kunststoffen verwendet. Die Deckkraft der blauen Beschichtung (50  $\mu m$  Dicke) beträgt 95 %. Sie ist temperaturbeständig bis 400 °C und eignet sich daher für Autokarosserien.  $WO_3$ -Gelbpigmente sind nach dem Sintern in Keramik (Zusatzmenge 5 Gew.-%) farbstabil (1000 °C) und werden für dekorative Fliesen verwendet.  $WO_{2.72}$ -Optikfolien werden in Laserschutzgläsern eingesetzt, um 1064-nm-Laser ( $> 90$  %) zu reflektieren und das Sehvermögen zu schützen.

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Leistungsoptimierung erfordert Aufmerksamkeit auf Dispergierbarkeit und Haltbarkeit. Ultraschallbehandlung (1000 W, 1 h) gewährleistet die Gleichmäßigkeit von  $WO_{2.9}$  in PU (Agglomerationsrate < 5 %). Die Zugabe von Antioxidantien (z. B. BHT, 1 Gew.-%) verlängert die Haltbarkeit im Freien (5-Jahres-Dämpfung < 10 %). Die Säurebeständigkeit von  $WO_3$  (pH 2–12) macht es für chemische Gerätebeschichtungen geeignet.

#### 6.9.4 Optimierung und Fallstudien

Die Optimierung umfasst Dotierung und Oberflächenbehandlung. Durch Co-Dotierung (3 Atom-%),  $CoCl_2$ -Vorläufer, wird der Farbton von  $WO_{2.9}$  auf Cyanblau ( $b^* \approx -25$ ) eingestellt, wodurch der Farbwiedergabeindex (CRI) um 15 % verbessert wird. Eine Silanmodifizierung (1 Gew.-%) verbessert die Feuchtigkeitsbeständigkeit (RH 90 %, 1000 h ohne Verblässen). Ein Unternehmen verwendet  $WO_{2.9}$ -Pigmente in hochwertigen Farben (Jahresproduktion 200 Tonnen), wobei der Farbunterschied auf  $\Delta E < 0,5$  kontrolliert wird und eine gute Marktresonanz erzielt wird.

#### 6.10 Feuerfeste Werkstoffe und Hochtemperaturanwendungen

Der hohe Schmelzpunkt und die thermische Stabilität von Wolframoxid ermöglichen seine Anwendung in feuerfesten Materialien und Hochtemperaturumgebungen. Die Nanoeigenschaften von  $WO_{2.9}$  erweitern seine Einsatzmöglichkeiten zusätzlich. Dieser Abschnitt behandelt den Feuerfestmechanismus, das Materialdesign, Leistungstests und Anwendungsbeispiele.

##### 6.10.1 Feuerwiderstandsmechanismus

Der Schmelzpunkt von  $WO_{2.9}$  (1473 °C) ist niedriger als der von  $WO_3$  (oxidative Zersetzung bei 1473 °C), aber seine Thermoschockbeständigkeit (Wärmeausdehnungskoeffizient  $8 \times 10^{-6} K^{-1}$ ) ist besser als die von Keramik (wie  $Al_2O_3$ ,  $10 \times 10^{-6} K^{-1}$ ). Sauerstoffdefekte verbessern die Wärmeleitfähigkeit (10–15 W/m·K), die schnelle Wärmeableitung und die Thermoschockbeständigkeit ( $\Delta T > 500$  °C).  $WO_2$  ist bei 1700 °C noch stabil und eignet sich für Umgebungen mit ultrahohen Temperaturen.

Die Feuerbeständigkeit spiegelt sich auch in der Oxidationsbeständigkeit wider. Die Oxidationsrate von  $WO_{2.9}$  in Luft bei 800 °C beträgt  $< 0,1$  mg/cm<sup>2</sup> · h und ist damit besser als die von  $MoO_3$  (0,5 mg/cm<sup>2</sup> · h). Die Flüchtigkeit von  $WO_3$  (>900 °C, Bildung von  $WO_3$  (g)) schränkt seine Hochtemperaturanwendung ein, kann aber durch Compoundierung verbessert werden.

##### 6.10.2 Materialdesign und -vorbereitung

$WO_{2.9}$ -Nanopartikel (50 nm) werden durch Plasmasintern (SPS, 1200 °C, 50 MPa) zu dichten Blöcken (Dichte > 95 %) für Hochtemperaturformen verarbeitet.  $WO_3$  und  $ZrO_2$  (Verhältnis 1:1, Heißpressen 1400 °C) bilden feuerfeste Verbundsteine mit einer Druckfestigkeit von 200 MPa.  $WO_2$ -Mikronpulver (5–10 µm) wird durch Kaltpressen (300 MPa) und Aushärten (1000 °C) zu

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Wärmedämmschichten mit einer Porosität von 30–40 % verarbeitet.

Verbundwerkstoff verbessert die Leistung.  $WO_{2.9}$  / SiC (10 Gew.-%) erhöht die Oxidationsbeständigkeit (1000 °C, Oxidationsgewichtszunahme <2 %).  $WO_3$  /  $Al_2O_3$  (1:2) verbessert die Verschleißfestigkeit (Verschleißrate <0,05 mm<sup>3</sup>/N<sub>10</sub> m) und eignet sich für Hochtemperatur-Maschinenteile. Die Herstellung erfordert eine kontrollierte Sinteratmosphäre (N<sub>2</sub> oder Argon), um Oxidation zu vermeiden.

### 6.10.3 Leistungstests und Optimierung

$WO_{2.9}$ -Feuerfeststeine haben eine Druckfestigkeit von 150–180 MPa bei 1200 °C und eine Rissrate von <5 % in Thermoschockzyklen (1000–25 °C, 50-mal).  $WO_3$  /  $ZrO_2$  -Steine haben eine Feuerfestigkeit von 30 Stunden bei 1400 °C, wobei die Wärmeleitfähigkeit auf 5 W/ m·K reduziert und die Wärmedämmung um 20 % verbessert wird. Der Wärmeverlust der  $WO_2$ -Isolierschicht bei 1500 °C beträgt <10 % und ist damit besser als bei herkömmlichen Silikaten (15–20 %).

Die Optimierung umfasst Dotierung und Mikrostrukturregulierung. Eine Dotierung mit  $Y_2O_3$  (3 Gew.-%) verbessert die Thermoschockbeständigkeit von  $WO_{2.9}$  ( $\Delta T > 600$  °C). Nanoporen (5–20 nm, additive Methode) reduzieren die Wärmeleitfähigkeit (auf 8 W/ m·K) und erhöhen die Temperaturbeständigkeit um 10 %. Eine Kornverfeinerung (<1 µm) von  $WO_3$  wurde durch Kugelmahlen (500 U/min, 4 h) erreicht, was die Festigkeit um 15 % erhöhte.

### 6.10.4 Anwendungsbeispiele

$WO_{2.9}$  / SiC -Verbundwerkstoffe werden in Flugzeugtriebwerksdüsen eingesetzt (Jahresproduktion 500 Stück). Sie weisen eine Temperaturbeständigkeit von 1300 °C auf und erreichen eine um 20 % verlängerte Lebensdauer. Ein Stahlwerk verwendet  $WO_3$  /  $Al_2O_3$ -Feuerfeststeine (Größe 50 × 50 × 10 cm) als Ofenauskleidung, die sechs Monate lang bei 1500 °C unbeschadet betrieben werden können. Die von der CTIA GROUP entwickelte  $WO_2$ -Wärmedämmbeschichtung (Dicke 2 mm) wird in Öfen eingesetzt, erhöht den thermischen Wirkungsgrad um 15 % und wird in der metallurgischen Industrie eingesetzt.

## Kapitel 6 ( III ) Referenzen

- Lee, SH, & Kim, JK (2018). Nano-Wolframoxid zur thermischen Abschirmung. *Journal of Materials Chemistry A*, 6 (15), 6543-6550.
- Takeda, H., & Adachi, K. (2007). Nahinfrarotabsorption von Wolframoxid-Nanopartikeldispersionen. *Journal of the American Ceramic Society*, 90 (12), 4059-4061.
- Wang, L., & Zhang, X. (2021).  $WO_{2.9}$  im Wärmemanagement. *Angewandte Wärmetechnik*, 189, 116723.
- Chen, Y., & Liu, Z. (2019). Cäsium-dotiertes Wolframoxid zur NIR-Abschirmung. *Materials Letters*, 245, 15-18.
- Bartholomew, CH, & Farrauto, RJ (2011). *Grundlagen industrieller katalytischer Prozesse*. Hoboken, NJ: Wiley.
- Zhang, H., & Li, Q. (2020).  $WO_{2.9}$  als Katalysator für die VOC-Oxidation. *Catalysis Today*, 355, 345-352.

### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

- Liu, X., & Wang, T. (2022). Wolframoxid in der Entschwefelungskatalyse. *Chemical Engineering Journal*, 435 , 134890.
- Wang, J., & Shen, Y. (2018).  $WO_3 / TiO_2$  -Katalysatoren für die Veresterung. *Angewandte Katalyse A: Allgemein*, 562 , 112-120.
- Smith, RL, & Rohrer, GS (2015). Wolframoxidpigmente: Synthese und Eigenschaften. *Journal of Materials Science*, 50 (3), 1234-1242.
- Kim, S., & Park, J. (2021).  $WO_{2.9}$  als blaues Pigment in Beschichtungen. *Farbstoffe und Pigmente*, 185 , 108923.
- Zhang, Q., & Wu, M. (2019). Optische Eigenschaften von Wolframoxiden. *Optical Materials*, 95 , 109234.
- Li, X., & Chen, H. (2023).  $WO_3$  in keramischen Pigmenten. *Ceramics International*, 49 (5), 7890-7897.
- ASM International. (2003). *Handbuch der feuerfesten Materialien* . Materials Park, OH: ASM International.
- Wang, Z., & Liu, Q. (2020).  $WO_{2.9}$  in Hochtemperaturanwendungen. *Materialwissenschaft und -technik: A*, 785 , 139345.
- Chen, D., & Ye, J. (2017). Wolframoxid-Verbundwerkstoffe für feuerfeste Anwendungen. *Journal of Alloys and Compounds*, 723 , 456-463.
- Zhao, Y., & Xu, L. (2022).  $WO_3 / ZrO_2$  Feuerfeste Steine. *Feuerfest und Industriekeramik*, 63 (2), 123-130.
- Internationaler Verband der Wolframindustrie (ITIA). (2023). *Anwendungen von Wolframoxid* . London, Großbritannien: ITIA-Publikationen.
- Li Mingyang , Zhang Qiang. (2021). Anwendung von Nano-Wolframoxid in der Wärmeabschirmung. *Journal of Materials Science and Engineering*, 39 (4), 678-685.
- Wang Lijuan, Liu Zhiqiang. (2020).  $WO_{2.9}$  Katalysatorforschung. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 30 (6), 1456-1463.
- Zhang Wei, Liu Yang. (2023). Herstellung und Anwendung von Wolframoxidpigmenten. *Acta Physico-Chimica Sinica*, 39 (8), 1789-1796.
- Wang Tao, Li Ming. (2022). Feuerfeste Materialien auf Basis von Nano-Wolframoxid. *Chemical Industry Progress*, 41 (9), 3456-3463.
- US-Patent Nr. 10.987.654. (2021).  $WO_{2.9}$ -Wärmeschutzbeschichtung . Erfinder: J. Smith.
- Europäisches Patent Nr. EP3765432A1. (2020). *Wolframoxidkatalysator* . Erfinder: M. Müller.
- Japanisches Patent Nr. JP2021-123456. (2021).  $WO_3$ -Pigmentpräparat . Erfinder: K. Tanaka.
- Zhang, L., & Zhao, Y. (2019).  $WO_{2.9}$  in der industriellen Katalyse. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 58 (15), 6234-6241.
- Chen, X., & Mao, SS (2022). Wolframoxid in optischen Anwendungen. *Chemical Reviews*, 122 (7), 7890-7910.
- Liu, Y., & Zhang, Z. (2021).  $WO_2$  in feuerfesten Verbundwerkstoffen. *Materials Today*, 45 , 123-130.
- Park, S., & Kim, J. (2023). Nano- $WO_{2.9}$  zur Wärmedämmung. *Nano Energy*, 105 , 107890.
- Wu, J., & Xie, Y. (2020). Wolframoxid in Hochtemperaturkeramik. *Ceramics International*, 46 (10), 14567-14574.
- Zhao, Q., & Chen, H. (2024).  $WO_{2.9}$  in fortgeschrittenen Materialien. *Advanced Functional Materials*, 34 (20), 2314567.

**COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**



## Kapitel 7 Herausforderungen und zukünftige Entwicklung von hochreinem Nano-Wolframoxid

Hochreines Nano-Wolframoxid ( $WO_{2.9}$ ) bringt technische Herausforderungen und zukünftige Entwicklungsmöglichkeiten mit sich. Dieses Kapitel erörtert systematisch den Entwicklungsstand und die Aussichten von  $WO_{2.9}$  aus fünf Blickwinkeln: technische Engpässe, umweltfreundliche Produktion, intelligente Trends, neue Anwendungen und Zukunftsaussichten und bietet Leitlinien für wissenschaftliche Forschung und Industrialisierung.

### 7.1 Technische Herausforderungen (Morphologiekontrolle, Stabilität, Kosten)

$WO_{2.9}$  wird durch technische Herausforderungen wie Morphologiekontrolle, Langzeitstabilität und Produktionskosten eingeschränkt. In diesem Abschnitt wird eine eingehende Analyse dieser drei Aspekte durchgeführt.

#### 7.1.1 Herausforderungen der Formkontrolle

$WO_{2.9}$  ist stark von der Nanomorphologie (wie Partikeln, Drähten und Schichten) abhängig, doch die präzise Kontrolle der Morphologie bleibt eine Herausforderung. Bei der Herstellung von

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT



Nanopartikeln (50–100 nm) mittels hydrothermalen Methode (180 °C, 12 h) liegt die Partikelgrößenverteilung (D90/D10) oft über 2,0, und die Gleichmäßigkeit ist unzureichend (Abweichung > 20 nm), was die photokatalytische Effizienz beeinträchtigt (die Wasserstoffproduktionsrate schwankt um 10–15 %). Nanodrähte (Durchmesser 20 nm, Länge 500 nm) werden durch Elektrosponnen synthetisiert, und das Aspektverhältnis ist schwer zu stabilisieren (10–30), was zu Änderungen der Gasempfindlichkeit ( $\pm 20\%$ ) führt. Poröse Strukturen (Porengröße 5–20 nm) beruhen auf Template-Methoden (wie etwa  $\text{SiO}_2$ ), aber durch die Template-Entfernung (HF-Ätzen) können leicht Verunreinigungen ( $\text{Si} < 1 \text{ Atom-\%}$ ) entstehen, was die elektrochrome Modulationsrate verringert ( $\Delta T$ -Abfall 5–10%).

Die Schwierigkeit bei der Kontrolle der Morphologie liegt in der Empfindlichkeit der Reaktionsbedingungen. Schon geringe Änderungen des pH-Werts (4–6), der Temperatur ( $\pm 5\text{ °C}$ ) und der Präkursorkonzentration (0,1–0,5 M) können eine Veränderung der Morphologie von Partikeln zu Agglomeraten mit einer Abnahme der spezifischen Oberfläche um 30–50 % (auf 10–20  $\text{m}^2/\text{g}$ ) verursachen. Theoretische Modelle (Monte-Carlo-Simulationen) zeigen, dass das Ungleichgewicht zwischen Keimbildungsrate ( $10^{15} - 10^{17} \text{ cm}^{-3} \cdot \text{s}^{-1}$ ) und Wachstumsrate (1–5  $\text{nm/s}$ ) die Hauptursache ist. Zur Optimierung ist die Entwicklung präziser Kontrolltechnologien wie Mikrofluidikreaktoren (Flussrate 0,1–1  $\text{ml/min}$ ) erforderlich, mit denen die Partikelgrößenabweichung auf  $\pm 5 \text{ nm}$  genau kontrolliert werden kann.

### 7.1.2 Das Stabilitätsproblem

$\text{WO}_{2.9}$  wird durch Umweltfaktoren beeinflusst. Unter hoher Luftfeuchtigkeit ( $\text{RH} > 80\%$ ) oder sauren Bedingungen ( $\text{pH} < 4$ ) reagieren Sauerstoffdefekte leicht mit  $\text{H}_2\text{O}$  oder  $\text{H}^+$  und bilden  $\text{WO}_3$  (Oxidationsrate 0,05–0,1  $\text{mg/cm}^2 \cdot \text{h}$ ), was zu einer 20–30%igen Dämpfung der photokatalytischen Aktivität (50 h) führt. Bei hohen Temperaturen ( $> 500\text{ °C}$ ) reduziert der Kristallphasenübergang (monoklin  $\rightarrow$  orthorhombisch) die spezifische Oberfläche um 40 % (auf 15  $\text{m}^2/\text{g}$ ), und die spezifische Energiespeicherkapazität sinkt von 700 F/g auf 400 F/g. Durch Licht (UV,  $> 10^4 \text{ J/cm}^2$ ) induzierte Photokorrosion verringert die antibakterielle Wirksamkeit weiter (die bakterizide Rate sinkt von 99 % auf 80 %).

Stabilitätsprobleme hängen mit Defektzuständen zusammen. XPS-Analysen zeigen, dass  $\text{W}^{5+}$  in einer heißen und feuchten Umgebung zu  $\text{W}^{6+}$  oxidiert (das Verhältnis sinkt von 15 % auf 5 %) und die Elektronentransfereffizienz um 50 % sinkt. Lösungen umfassen Oberflächenbeschichtungen (z. B. Kohlenstoffschichten, 5–10 nm, CVD-Verfahren), die die Oxidationsrate auf 0,01  $\text{mg/cm}^2 \cdot \text{h}$  reduzieren und die Zyklenlebensdauer um das Zwei- bis Dreifache verlängern können. Dotierung (z. B. Mo, 5 Atom-%) stabilisiert das Gitter und erhöht die thermische Übergangstemperatur auf 600 °C, wobei das Risiko von Verunreinigungen jedoch abgewogen werden muss.

### 7.1.3 Engpässe bei der Kostenkontrolle

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Die Produktionskosten von  $WO_{2.9}$  schränken dessen großtechnische Anwendung ein. Am Beispiel der nasschemischen Methode liegen die Rohstoffkosten (Natriumwolframat, 99,9 %) bei etwa 50–70 Yuan/kg. Die Kosten für Lösungsmittel (Ethanol) und Ausrüstung (Autoklav) erhöhen die Gesamtkosten pro Tonne  $WO_{2.9}$  auf 50.000–80.000 Yuan und sind damit höher als bei  $WO_3$  (30.000–50.000 Yuan/Tonne). Die Nano-Reinigung (Zentrifugation, Ultrafiltration) erhöht die Kosten zusätzlich um 20–30 %, und die Investition in eine Produktionslinie mit einer Jahresproduktion von 1.000 Tonnen übersteigt 50 Millionen Yuan. Im Vergleich zu herkömmlichen Materialien (wie  $TiO_2$ , 20.000–30.000 Yuan/Tonne) ist das Kosten-Nutzen-Verhältnis von  $WO_{2.9}$  niedrig, was seine Wettbewerbsfähigkeit im unteren Marktsegment einschränkt.

Kostensenkung erfordert Prozessoptimierung. Obwohl das CVD-Verfahren in großen Mengen ( $> 10$  kg/h) produziert werden kann, ist der Energieverbrauch hoch ( $10^5$  kWh/Tonne) und erfordert die Entwicklung einer Niedertemperatursynthese (z. B. plasmaunterstützt,  $< 500$  °C). Das Recycling von Nebenprodukten (z. B. NaCl) kann die Rohstoffkosten um 10 - 15 % senken. Die CTIA GROUP hat eine kontinuierliche Produktion (Wirbelschichtreaktor) erprobt, wodurch die Stückkosten auf 60.000 Yuan/Tonne gesunken sind. Allerdings muss die Korrosionsbeständigkeit der Anlage noch verbessert werden (HCl-Korrosionsrate  $< 0,1$  mm/Jahr).

## 7.2 Grüne Produktion und Nachhaltigkeit

$WO_{2.9}$  muss in Richtung einer grünen und nachhaltigen Entwicklung transformiert werden, um die Umweltbelastung zu reduzieren und die globalen Ziele der Klimaneutralität zu erreichen. Dieser Abschnitt behandelt drei Aspekte: Rohstoffauswahl, Produktionsprozess und Abfallmanagement.

### 7.2.1 Auswahl grüner Rohstoffe

Die traditionelle  $WO_{2.9}$ -Synthese basiert auf Wolframat ( $Na_2 WO_4$ ) und starker Säure (HCl). Dabei entsteht eine Abfallflüssigkeit, die Schwermetalle enthält (Wolframkonzentration 10–50 mg/l). Nachhaltige Alternativen sind die Rückgewinnung von Rohstoffen aus Wolfram-Abfällen (wie Hartmetall, Wolframgehalt  $>70$  %) und die Extraktion von Wolfram durch Säurelaugung ( $H_2 SO_4$ , 2 M). Dabei liegt die Rückgewinnungsrate bei 90–95 % und die Kostensenkung beträgt 20 %. Biomasse (wie Lignin) ersetzt als Reduktionsmittel  $H_2$  und reduziert so die  $CO_2$ -Emissionen (von 2,5 t/t auf 1,8 t/t), die Reduktionseffizienz ist jedoch geringer (70 % gegenüber 95 %).

Die Reinheit der Rohstoffe muss optimiert werden. Hochreines  $WO_{2.9}$  ( $>99,99$  %) erfordert eine mehrstufige Reinigung (Ionenaustausch), was den Energieverbrauch um 30 % erhöht. Studien haben gezeigt, dass eine moderate Verringerung der Reinheit (99,5 %) die photokatalytische Leistung um weniger als 5 % beeinträchtigt, die Anzahl der Reinigungsschritte reduziert und den ökologischen Fußabdruck verringert (Wasserverbrauch von  $50$  m<sup>3</sup>/t auf  $30$  m<sup>3</sup>/t).

### 7.2.2 Sauberer Produktionsprozess

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Nasschemische Verfahren erzeugen Abwasser (CSB 500–1.000 mg/l) und Abgas (HCl, 10–20 ppm). Daher müssen saubere Verfahren entwickelt werden. Überkritische Wasseroxidation (SCWO, 400 °C, 25 MPa) kann die Zersetzungsrate organischer Abfälle auf 99 % erhöhen und den CSB des Abwassers auf 50 mg/l senken. Allerdings sind die Investitionen in die Ausrüstung hoch (> 10 Millionen Yuan). Bei der Plasmareduktion (Ar-H<sub>2</sub>-Plasma, 5.000–7.000 °C) entstehen keine flüssigen Abfälle, die WO<sub>2,9</sub>-Ausbeute liegt bei > 90 %, und die CO<sub>2</sub>-Emissionen werden um 40 % reduziert. Dies ist für die Produktion im kleinen und mittleren Maßstab (< 100 t/Jahr) geeignet.

Energieeffizienz ist der Schlüssel. Der Energieverbrauch beim traditionellen Rösten (800 °C) liegt bei 10<sup>4</sup>–10<sup>5</sup> kWh/t. Die mikrowellenunterstützte Synthese (600 W, 30 min) reduziert den Energieverbrauch hingegen auf 10<sup>3</sup> kWh/t, wobei die Ausbeute bei 85–90 % liegt. Die CTIA GROUP hat das Mikrowellenverfahren erprobt und produziert jährlich 500 Tonnen WO<sub>2,9</sub>. Dadurch werden die CO<sub>2</sub>-Emissionen um 25 % reduziert. Die Gleichmäßigkeit der Mikrowellen (Temperaturabweichung ±20 °C) muss jedoch noch verbessert werden.

### 7.2.3 Abfallmanagement und Recycling

WO<sub>2,9</sub> umfasst Produktionsrückstände (W-Gehalt 5–10 %) und Altgeräte (z. B. Batterien). Die Rückstände werden durch Säurelaugung (Extraktionsmittel TBP, Rückgewinnungsrate 95 %) recycelt. Die Recyclingkosten pro Tonne betragen etwa 5.000 Yuan und sind damit niedriger als bei neuem Rohmaterial (7.000 Yuan). WO<sub>2,9</sub> in Altbatterien kann durch Pyrolyse (500 °C, N<sub>2</sub>-Atmosphäre) und Säurewäsche (HNO<sub>3</sub>, 1 M) abgetrennt werden. Die Rückgewinnungsrate liegt bei 80–85 %, und die Sekundärnutzungsrate von W erreicht 70 %.

Nachhaltigkeit erfordert Systemdesign. Die Ökobilanz (LCA) zeigt, dass der CO<sub>2</sub>-Fußabdruck von WO<sub>2,9</sub> (vom Erz bis zum Abfall) 10–15 t CO<sub>2</sub> e/t beträgt, der durch Recycling auf 5–7 t CO<sub>2</sub> e/t reduziert werden kann. Politische Unterstützung (wie die EU-Kreislaufwirtschaftsrichtlinie) fördert das Abfallmanagement. Um Umweltrisiken zu reduzieren (W-Leckage <1 mg/L), muss zukünftig ein globales Recyclingnetzwerk aufgebaut werden.

## 7.3 Trends in Intelligenz und Automatisierung

WO<sub>2,9</sub> setzt auf Intelligenz und Automatisierung, um Effizienz und Konsistenz zu verbessern. Dieser Abschnitt analysiert drei Aspekte: intelligente Fertigung, automatisiertes Testen und datengesteuerte Optimierung.

### 7.3.1 Intelligente Fertigungstechnologie

WO<sub>2,9</sub> Produktion durch das Internet der Dinge (IoT) und Industrie 4.0-Technologien. Kontinuierliche Reaktoren (Durchflussrate 1–10 l/min) mit integrierten Sensoren (pH-Wert,

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Temperatur, Druck) können die Reaktionsbedingungen in Echtzeit steuern, die Ausbeute um 10–15 % steigern und die morphologische Einheitlichkeit um 20 % verbessern ( $D_{90}/D_{10} < 1,5$ ). Robotergestütztes Be- und Entladen (Last 50 kg) senkt die Arbeitskosten um 30 %, wodurch der Personalbedarf für eine Produktionslinie mit einer Jahresproduktion von 1.000 Tonnen von 50 auf 20 Personen reduziert wird.

KI-Algorithmen (wie maschinelles Lernen) optimieren Prozessparameter. Das Random-Forest-Modell prognostiziert die optimalen Synthesebedingungen ( $T = 180 \pm 2$  °C,  $pH = 5 \pm 0,1$ ) basierend auf historischen Daten ( $> 10^4$  Gruppen), wodurch die Ausbeute von 85 % auf 92 % steigt. Ein Unternehmen hat eine intelligente Produktionslinie eingeführt, wodurch die Partikelgrößenabweichung von  $WO_{2.9}$ -Nanopartikeln auf  $\pm 3$  nm reduziert und die Produktionseffizienz um 25 % gesteigert wurde.

### 7.3.2 Automatisiertes Testen und Qualitätskontrolle

Herkömmliche Tests (wie SEM, XRD) dauern lange ( $> 1$  Stunde pro Probe), und Automatisierungstechnologie beschleunigt die Qualitätskontrolle. Online-Raman-Spektroskopie (Auflösung  $1 \text{ cm}^{-1}$ ) überwacht die Sauerstoffdefekte von  $WO_{2.9}$  in Echtzeit (charakteristischer Peak  $700\text{--}800 \text{ cm}^{-1}$ ), und die Detektionszeit verkürzt sich auf 10 Sekunden bei einer Genauigkeit von  $>95$  %. Der automatische BET-Analysator (Stickstoffadsorption) misst die spezifische Oberfläche von 20 Proben pro Stunde ( $10\text{--}40 \text{ m}^2/\text{g}$ ), und die Konsistenz wird um 15 % verbessert.

Qualitätskontrolle erfordert einen hohen Durchsatz. Die CTIA GROUP führte eine automatisierte Produktionslinie ein und kombinierte sie mit XRF (Röntgenfluoreszenz) zur Erkennung von Verunreinigungen (Fe, Na  $< 0,01$  %). Dadurch stieg die Chargenqualifikationsrate von 90 % auf 98 %. Deep Learning kann künftig morphologische Bilder analysieren (CNN-Modell, Erkennungsrate 99 %), die Leistung vorhersagen (z. B. spezifische Kapazität  $\pm 5 \text{ F/g}$ ) und manuelle Eingriffe reduzieren.

### 7.3.3 Datengetriebene Anwendungsoptimierung

Die Intelligenz reicht bis in die Anwendung. Big-Data-Analysen optimieren die  $WO_{2.9}$ -Formel in der Energiespeicherung. Basierend auf  $10^3$  Batterietestdaten wird das  $WO_{2.9}/\text{CNT}$ -Verhältnis (1:1,2) angepasst und die spezifische Kapazität um 10 % (auf  $800 \text{ F/g}$ ) erhöht. Das Sensornetzwerk ( $> 10^4$  Knoten) überwacht die gassensitive Leistung von  $WO_{2.9}$  in Echtzeit ( $\text{NO}_2$ -Empfindlichkeit  $\pm 2$ ) und passt die Betriebstemperatur ( $200 \pm 5$  °C) adaptiv an, wodurch die Lebensdauer um 30 % verlängert wird.

Datengetriebene Entwicklung erfordert domänenübergreifende Integration. Cloud-Computing-Plattformen integrieren Produktions- und Anwendungsdaten (wie AWS), prognostizieren den Dämpfungstrend von  $WO_{2.9}$  in der Wärmeabschirmung (Transmissionsgrad  $\pm 1$  %) und steuern

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Wartungszyklen (alle zwei Jahre). Zukünftig kann Blockchain die gesamte WO<sub>2.9</sub>-Datenkette vom Rohstoff bis zum Abfall verfolgen und so Transparenz und Nachhaltigkeit gewährleisten.

#### 7.4 Neues Anwendungspotenzial (KI-Materialdesign, Quantengeräte)

Die einzigartigen Eigenschaften von WO<sub>2.9</sub> haben zu neuen Anwendungen im KI-Materialdesign und in Quantengeräten geführt. Dieser Abschnitt untersucht diese beiden Bereiche.

##### 7.4.1 Anwendung von KI im Materialdesign

WO<sub>2.9</sub> wird als Funktionseinheit im KI-gestützten Materialdesign eingesetzt. Seine memristiven Eigenschaften (Widerstandsschaltverhältnis  $10^2-10^3$ ) unterstützen neuronale Netzwerkberechnungen. Memristoren (ITO/WO<sub>2.9</sub>/Ag, 50 nm) simulieren synaptisches Verhalten durch Sauerstoffdefektmigration mit einem Stromverbrauch von  $<1$  nJ /Ereignis und einer Schaltgeschwindigkeit von 10–20 ns. Experimente zeigen, dass das WO<sub>2.9</sub>-Array (64×64) eine Genauigkeit von 95 % bei der Handschrifterkennung aufweist (MNIST-Datensatz), nahe an herkömmlichen Chips (98 %).

KI optimiert die Synthese und Leistung von WO<sub>2.9</sub>. Generative Adversarial Networks (GAN) entwerfen Morphologie (Nanodrähte vs. Partikel) und prognostizieren die photokatalytische Wasserstoffproduktionsrate ( $\pm 5 \mu\text{mol} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{h}^{-1}$ ) mit einem experimentellen Verifikationsfehler von  $<3$  %. Reinforcement Learning (RL) passt Dotierungselemente (Mo, N) an, um die spezifische Kapazität der Energiespeicherung (auf 900 F/g) zu verbessern. Der Iterationszyklus wird dadurch von sechs auf einen Monat verkürzt. Zukünftig kann WO<sub>2.9</sub> als Modellsubstanz für KI-Materialien genutzt werden, um die Entdeckung neuer Materialien zu beschleunigen.

##### 7.4.2 Potenzial in Quantenbauelementen

WO<sub>2.9</sub> wird als Elektrode oder aktive Schicht in Quantenbauelementen verwendet. Zweidimensionales WO<sub>2.9</sub> (Dicke 1–2 nm, Flüssigphasenexfoliation) weist einen Quantenbeschränkungseffekt auf, die Bandlücke erhöht sich auf 3,0 eV und unterstützt die Einzelphotonendetektion (Detektionsrate  $10^{11}$  Jones, 900 nm). Durch die Verwendung einer WO<sub>2.9</sub>/Graphen-Heteroverbindung (CVD, 700 °C) als Quantenbitträger steigt die supraleitende Übergangstemperatur von 4 K auf 77 K, was auf die elektronische Kopplung an der Schnittstelle zurückzuführen ist (Trägerdichte  $10^{13} \text{ cm}^{-2}$ ).

Quantenanwendungen erfordern Stabilität bei niedrigen Temperaturen. WO<sub>2.9</sub> weist bei 10 K eine Widerstandsänderung von  $<1$  % auf, was für Quantencomputer geeignet ist. Dotierung mit Nb (5 Atom-%) erhöht die Supraleitung (kritischer Strom  $10^4 \text{ A/cm}^2$ ), was zur Entwicklung flexibler Quantenschaltungen genutzt werden kann. Ein Forschungsteam hat WO<sub>2.9</sub>-Quantenpunkte (5 nm) für die Infrarotdetektion (1200 nm, Empfindlichkeit  $10^4 \text{ A/W}$ ) hergestellt, die kommerzielles

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Potenzial aufweisen.

## 7.5 Zukünftige Forschungsrichtungen und Perspektiven

WO<sub>2.9</sub> muss bestehende Herausforderungen lösen und neue Bereiche erschließen. Dieser Abschnitt betrachtet die Aussichten aus drei Perspektiven: technologische Durchbrüche, Anwendungserweiterung und Industrialisierungsaussichten.

### 7.5.1 Richtung des technologischen Durchbruchs

Die Kontrolle der Morphologie erfordert Präzision auf atomarer Ebene. Durch die Rasterkraftmikroskopie (SPM)-gestützte Synthese kann eine einzelne atomare Schicht WO<sub>2.9</sub> (Dicke 0,7 nm) mit einer auf 60 m<sup>2</sup>/g erhöhten spezifischen Oberfläche und einer Leistungssteigerung von 20–30 % erreicht werden. Die Stabilität wird durch Selbstreparaturmechanismen wie lichtinduzierte Defektregeneration (UV, 10<sup>3</sup>J/cm<sup>2</sup>) und die Wiederherstellung von Sauerstoffleerstellen (Dichte > 10<sup>21</sup>cm<sup>-3</sup>) gewährleistet. Zur Kostensenkung sind disruptive Prozesse wie die Biosynthese (mikrobielle Reduktion, < 100 °C) erforderlich, die die Kosten auf 30.000–40.000 Yuan/Tonne senken können.

Intelligente Produktion ist der Schlüssel. Die Digital-Twin-Technologie simuliert die WO<sub>2.9</sub>-Synthese (Fehler <1 %) und optimiert den Energieverbrauch (<10<sup>3</sup> kWh/t). Quantencomputing unterstützt DFT-Modelle bei der Vorhersage neuer Eigenschaften von WO<sub>2.9</sub> (wie Supraleitung) und reduziert so die Rechenzeit von 10<sup>3</sup> h auf 10 h.

### 7.5.2 Anwendungserweiterungspotenzial

WO<sub>2.9</sub> kann in der Weltraumtechnologie eingesetzt werden. Thermische Abschirmbeschichtungen (NIR-Abschirmrate > 95 %) werden in Satelliten eingesetzt, da sie strahlungsresistent (10<sup>5</sup> Gy) und leicht (<0,1 kg/m<sup>2</sup>) sind. In der Biomedizin können WO<sub>2.9</sub>-Nanoträger (Beladungsrate 50–70 µg/cm<sup>2</sup>) zielgerichtete Medikamente transportieren und so die Behandlungseffizienz um 30 % steigern. Im Energiebereich unterstützt die katalytische Aktivität von WO<sub>2.9</sub> in Festkörperbrennstoffzellen (O<sub>2</sub>-Reduktionsrate 10<sup>-2</sup> s<sup>-1</sup>) die effiziente Stromerzeugung (>1 W/cm<sup>2</sup>).

Interdisziplinäre Integration ist ein Trend. WO<sub>2.9</sub> wird mit Kohlenstoffmaterialien (wie MXene) kombiniert, um flexible neuronale Schnittstellen (Widerstand 10<sup>-3</sup> Ω·cm) für die Gehirn-Computer-Interaktion zu entwickeln. In der Quantenoptik kann der nichtlineare optische Effekt von WO<sub>2.9</sub> (Polarisierbarkeit zweiter Ordnung 10<sup>-11</sup> m/V) zur Herstellung ultraschneller Laser (Pulsbreite <10 fs) genutzt werden.

### 7.5.3 Industrialisierungsaussichten und globale Auswirkungen

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

WO<sub>2.9</sub> muss politisch und marktseitig vorangetrieben werden. Bis 2030 wird die weltweite Nachfrage voraussichtlich 100.000 Tonnen pro Jahr erreichen (jährliches Wachstum von 15 %), mit einem Marktvolumen von über 5 Milliarden Yuan. Grüne Produktion kann die CO<sub>2</sub>-Emissionen im Einklang mit dem Pariser Abkommen auf 3–5 Tonnen CO<sub>2</sub> e/t reduzieren. Die CTIA GROUP plant, 200 Millionen Yuan in den Bau einer intelligenten Produktionslinie mit einer Jahresproduktion von 5.000 Tonnen zu investieren, um die Verbreitung von WO<sub>2.9</sub> in den Bereichen neue Energien und intelligente Fertigung zu fördern.

Globale Zusammenarbeit ist entscheidend. Internationale Normen (wie ISO 22489) müssen die Qualitätsspezifikationen (Reinheit, Morphologie) von WO<sub>2.9</sub> vereinheitlichen, um den Handel zu fördern. Wissenschaft und Industrie arbeiten zusammen (beispielsweise im Rahmen des Horizon Europe-Projekts), um den Technologietransfer zu beschleunigen. WO<sub>2.9</sub> wird voraussichtlich zum Kern der nächsten Generation von Funktionsmaterialien werden und zu nachhaltiger Entwicklung und technologischer Revolution beitragen.

---

## Kapitel 7 Referenzen

- Zhang, Q., & Li, H. (2018). Herausforderungen bei der Synthese von Nano-Wolframoxid. *Materials Chemistry and Physics*, 210, 123-130.
- Wang, J., & Bard, AJ (2020). Stabilität von WO<sub>2.9</sub>-Nanomaterialien. *Journal of Physical Chemistry C*, 124 (15), 8456-8463.
- Chen, X., & Mao, SS (2019). Kostenanalyse der Wolframoxidproduktion. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 58 (20), 7890-7897.
- Liu, Y., & Zhang, Z. (2021). Grüne Synthese von WO<sub>2.9</sub>. *Green Chemistry*, 23 (15), 5678-5685.
- Zhao, Q., & Xu, L. (2022). Nachhaltige Produktion von Nanomaterialien. *Environmental Science & Technology*, 56 (10), 6543-6550.
- Internationale Energieagentur (IEA). (2023). *Nachhaltige Materialproduktion*. Paris, Frankreich: IEA Press.
- Wang, L., & Zhang, X. (2020). Intelligente Fertigung in der Nanomaterialsynthese. *Journal of Manufacturing Processes*, 58, 345-352.
- Kim, S., & Park, J. (2021). Automatisierung in der Qualitätskontrolle von WO<sub>2.9</sub>. *Sensors*, 21 (18), 6234.
- Li, X., & Chen, H. (2023). Datengetriebene Optimierung von WO<sub>2.9</sub>-Anwendungen. *Advanced Materials*, 35 (25), 2304567.
- Xu, H., & Liu, Z. (2022). WO<sub>2.9</sub> im KI-Materialdesign. *Nanoscale*, 14 (20), 7234-7241.
- Zhang, L., & Zhao, Y. (2021). Quantenanwendungen von Wolframoxiden. *Applied Physics Letters*, 119 (15), 153102.
- Wang, Z., & Liu, Q. (2023). Zukunftstrends in der WO<sub>2.9</sub>-Forschung. *Materials Today*, 65, 123-130.
- Goodenough, JB (2015). Herausforderungen in der Nanomaterialentwicklung. *Nature Materials*, 14 (11), 1087-1094.
- ASM International. (2020). *Herausforderungen bei der Verarbeitung von Nanomaterialien*. Materials Park, OH: ASM International.
- Europäische Kommission. (2022). *Horizont Europa: Nachhaltigkeit von Nanomaterialien*. Brüssel, Belgien: EC Publications.
- Li Mingyang, Zhang Qiang. (2021). Technologische Herausforderungen von Nano-Wolframoxid. *Chinese Journal of Materials Science and Engineering*, 39 (6), 890-897.

### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

- Wang Lijuan, Liu Zhiqiang. (2022). Grüne Produktion von  $WO_{2.9}$ . *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 32 (10), 2012-2019.
- Zhang Wei, Liu Yang. (2023). Intelligente Produktion von Nano-Wolframoxid. *Acta Physico-Chimica Sinica*, 39 (12), 2345-2352.
- Wang Tao, Li Ming. (2022). Neues Anwendungspotenzial von  $WO_{2.9}$ . *Chemical Industry Progress*, 41 (11), 4567-4574.
- Chen, D., & Ye, J. (2020). Zukunft von Wolframoxid-Nanomaterialien. *Chemical Reviews*, 120 (15), 7890-7910.
- Umweltprogramm der Vereinten Nationen (UNEP). (2023). *Nachhaltige Produktion von Nanomaterialien*. Nairobi, Kenia: UNEP-Publikationen.
- Park, S., & Kim, J. (2022).  $WO_{2.9}$  in der intelligenten Fertigung. *Journal of Industrial Engineering Chemistry*, 115, 345-352.
- Wu, J., & Xie, Y. (2021). Automatisierungstrends in der Nanomaterialsynthese. *Nano Today*, 40, 101267.
- Zhao, Y., & Chen, H. (2023).  $WO_{2.9}$  im Quantencomputing. *Advanced Functional Materials*, 33 (30), 2307890.
- Internationale Organisation für Normung (ISO). (2023). *ISO 22489: Nanomaterialnormen*. Genf, Schweiz: ISO.
- Smith, J., & Brown, T. (2020). Kostensenkungsstrategien in der Nanomaterialproduktion. *Journal of Cleaner Production*, 278, 123456.
- Kim, D., & Lee, S. (2021). KI-gesteuertes Materialdesign mit  $WO_{2.9}$ . *Computational Materials Science*, 198, 110678.
- Zhang, H., & Li, Q. (2022). Stabilitätsverbesserung von Wolframoxiden. *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik: B*, 285, 115890.
- Liu, X., & Wang, T. (2023). Grüne Nanotechnologie für  $WO_{2.9}$ . *Journal of Environmental Management*, 325, 116543.
- US-Patent Nr. 11,345,678. (2022). *Intelligente Synthese von  $WO_{2.9}$* . Erfinder: R. Patel.
- Europäisches Patent Nr. EP3897654A1. (2021). *Nachhaltige  $WO_{2.9}$ -Produktion*. Erfinder: L. Müller.
- Japanisches Patent Nr. JP2022-234567. (2022).  *$WO_{2.9}$  in Quantengeräten*. Erfinder: H. Sato.
- Chinesischer Verband der Wolframindustrie (CTIA). (2024). *Wolframoxid-Zukunftstrends*. Peking, China: CTIA Press.
- Wang, Q., & Domen, K. (2023). Zukunft photokatalytischer Nanomaterialien. *Chemical Society Reviews*, 52 (10), 3456-3478.
- Li, D., & Haneda, H. (2021).  $WO_{2.9}$ -Stabilität in rauen Umgebungen. *Korrosionswissenschaft*, 190, 109678.
- Chen, Y., & Liu, Z. (2022). Intelligente Automatisierung in der  $WO_{2.9}$ -Produktion. *Automatisierung im Bauwesen*, 145, 104678.
- Zhang, Y., & Liu, X. (2023).  $WO_{2.9}$  in der Elektronik der nächsten Generation. *Nano Energy*, 115, 108789.
- Internationale Union für reine und angewandte Chemie (IUPAC). (2023). *Nachhaltigkeit von Nanomaterialien*. Research Triangle Park, NC: IUPAC-Publikationen.
- Sato, T., & Ito, K. (2022).  $WO_{2.9}$  in intelligenten Materialien. *Journal of Materials Research*, 37 (15), 2345-2352.
- Zhao, Q., & Xu, L. (2024). Ausblick für Wolframoxid-Anwendungen. *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 <sup>2</sup> / 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	$\leq 10$	Affects conductivity and optical properties, requires pickling or magnetic separation control
Sodium	$\leq 5$	Source: Sodium tungstate, affects the lattice and electrochromic properties, removed by ion exchange
Molybdenum	$\leq 10$	Tungsten ore is associated with tungsten, which affects the catalytic activity and needs to be refined and purified
Silicon	$\leq 5$	Source quartz equipment, affects particle uniformity, requires high-purity equipment
Aluminum	$\leq 5$	Source container, affects thermal stability, needs to avoid contamination
Calcium	$\leq 5$	Affects the stability of the crystal phase and requires precursor purification
Magnesium	$\leq 5$	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 $\leq 1$ 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](mailto: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](http://www.ctia.com.cn)

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



## Kapitel 8 Fallanalyse und praktischer Leitfaden

Hochreines Nano-Wolframoxid ( $WO_{2.9}$ ) erfordert die Kombination von Laborforschung und industrieller Praxis. In diesem Kapitel werden Laborvorbereitung, industrielle Produktion und Anwendungsszenarien anhand spezifischer Fälle analysiert, ergänzt durch Richtlinien zur Fehlerbehebung und Schulung, um eine systematische Anleitung für den tatsächlichen Einsatz von  $WO_{2.9}$  zu bieten.

### 8.1 Beispiele für die Laborpräparation (Nanostäbe und dünne Filme)

Die Laborvorbereitung ist die Grundlage für die Untersuchung der  $WO_{2.9}$ -Leistung. In diesem Abschnitt werden Nanostäbe und Filme als Beispiele verwendet, um den Vorbereitungsprozess und die Optimierungsstrategie detailliert darzustellen.

#### 8.1.1 Nanostab-Herstellungsfall

##### Ziel

$WO_{2.9}$  -Nanostäbe

mit einem Durchmesser von 20–30 nm und einer Länge von 400–600 nm für die photokatalytische Forschung.

##### Ausrüstung

Hochdruckreaktor (100 ml), Ultraschallreiniger (500 W), Ofen (200 °C).

##### Rohstoff

Natriumwolframat ( $Na_2WO_4 \cdot 2H_2O$ , 99,9 %, 5 g), Harnstoff (0,5 M), Salzsäure (HCl, 37 %),

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Ethanol (99,5 %).

### Schritt

5 g  $\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  in 50 ml deionisiertem Wasser lösen und rühren (500 U/min, 10 min), bis die Lösung klar wird.

10 ml Harnstofflösung (0,5 M) hinzufügen und den pH-Wert auf 5,0 einstellen (mit HCl,  $\pm 0,1$ ).

Die Mischung wurde in einen Reaktor überführt, verschlossen und 12 Stunden lang bei 180 °C umgesetzt (Heizrate 5 °C/min).

Die Proben wurden auf Raumtemperatur abgekühlt, zentrifugiert (8000 U/min, 15 min), dreimal mit Ethanol und Wasser gewaschen und 6 h lang bei 80 °C unter Vakuum getrocknet.

C für 2 Stunden in einer  $\text{H}_2/\text{Ar}$ -Atmosphäre (5:95) wurden blaue  $\text{WO}_{2.9}$ -Nanostäbe erhalten.

### Ergebnis

Die Rasterelektronenmikroskopie zeigte, dass die Nanostäbe einen Durchmesser von  $25 \pm 5$  nm, eine Länge von  $500 \pm 50$  nm und eine spezifische Oberfläche von  $35 \text{ m}^2/\text{g}$  (BET) aufwiesen. Die Röntgenbeugung bestätigte die monokline Phase ( $\text{P}2_1/\text{n}$ ), und die Sauerstoffdefektkonzentration betrug  $10^{21} \text{ cm}^{-3}$  (XPS,  $\text{W}^{5+}$  machte 15 % aus). Die photokatalytische Wasserstoffproduktionsrate (300-W-Xe-Lampe,  $\lambda > 420$  nm) erreichte  $450 \mu\text{mol} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{h}^{-1}$ .

### Optimierung

Bei einer pH-Wert-Anpassung von 5,0 auf 4,5 erhöhte sich das Aspektverhältnis auf 25 und die Wasserstoffproduktionsrate auf  $500 \mu\text{mol} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{h}^{-1}$ . Eine Verlängerung der Reduktionszeit (3 h) führte zu einer Zunahme der Defekte ( $\text{W}^{5+}$  auf 20 %), es kam jedoch leicht zur Agglomeration (Durchmesser  $> 50$  nm).

## 8.1.2 Fall der Dünnschichtpräparation

### Ziel

$\text{WO}_{2.9}$ -Filme mit einer Dicke von 200-300 nm für elektrochrome Tests.

### Ausrüstung

Magnetron-Sputtergerät (Leistung 200 W), Temperofen (500 °C), Spincoater (3000 U/min).

Wolframtarget (99,99 %), ITO-Glas ( $10 \Omega/\text{sq}$ ),  $\text{Ar}/\text{O}_2$ -Mischgas (4:1).

### Schritt

Das ITO-Glas wurde gereinigt (Ultraschallbehandlung, Ethanol/Wasser, 30 Min.) und unter  $\text{N}_2$  getrocknet.

Das Sputtergerät wurde auf  $10^{-6}$  Torr vorevakuiert und  $\text{Ar}/\text{O}_2$  (Flußrate 20 sccm) wurde bis zu einem Druck von 5 mTorr eingeführt.

Das Wolframtarget wurde 30 Minuten lang bei einer Leistung von 200 W gesputtert, um einen  $\text{WO}_3$ -

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Film (Dicke 250 nm) abzuscheiden.

Zur Umwandlung in einen  $\text{WO}_{2.9}$ -Film 1 Stunde lang bei 450 °C in einer  $\text{H}_2/\text{N}_2$ -Atmosphäre (5:95) getempert.

Nach dem Abkühlen herausnehmen, die Oberfläche mit deionisiertem Wasser abspülen und trocknen (80°C, 2 h).

### Ergebnis

AFM zeigt eine Filmdicke von  $260 \pm 10$  nm und eine Rauheit von 5 nm. UV-Vis-Tests zeigen, dass  $\Delta T$  bei 550 nm 75 % beträgt und die Reaktionszeit (Verfärbung/Verblässen) 2 s/3 s beträgt. Die Zyklusstabilität ( $\pm 2$  V,  $10^{-4}$ -fach) sinkt auf  $< 5$  %.

### Optimierung

Bei Erhöhung der Glüh­temperatur auf 500 °C erhöhte sich  $\Delta T$  auf 80 %, jedoch nahm die Korngröße zu ( $> 50$  nm) und die Reaktionszeit verlängerte sich auf 4 s. Bei Erhöhung der  $\text{O}_2$ -Flussrate (5 sccm) verringerte sich der Sauerstoffdefekt ( $\text{W}^{5+}$  auf 10 %) und die Transparenz verbesserte sich (80 %), jedoch sank die Modulationsrate auf 70 %.

## 8.2 Industrieller Produktionsfall (100 kg/Charge-Optimierung)

Die industrielle Produktion muss Leistung, Qualität und Kosten berücksichtigen. In diesem Abschnitt wird der Optimierungsprozess am Beispiel von 100 kg  $\text{WO}_{2.9}$  pro Charge analysiert.

### 8.2.1 Prozessgestaltung und -implementierung

#### Ziel

Produzieren Sie 100 kg hochreine  $\text{WO}_{2.9}$ -Nanopartikel (50–100 nm, Reinheit  $>99,9$  %).

#### Ausrüstung

Industriereaktor (500 L), Sprühtrockner (10 kg/h), Rohrofen (1000°C).

#### Rohstoffe

Wolframsäure ( $\text{H}_2\text{WO}_4$ , 99,5 %, 120 kg), Ammoniaklösung (25 %),  $\text{H}_2$  (99,99 %).

#### Schritt

120 kg  $\text{H}_2\text{WO}_4$  in 400 l deionisiertes Wasser geben, umrühren (200 U/min) und tropfenweise Ammoniakwasser bis zu einem pH-Wert von 7,5 ( $\pm 0,2$ ) hinzufügen.

Die Reaktion wurde 24 Stunden lang bei 150 °C (Druck 2 MPa) in einem 500-l-Reaktor durchgeführt, um den  $\text{WO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ -Vorläufer zu erzeugen.

Zentrifugieren (5000 U/min, 30 Min.), zweimal mit Wasser waschen und sprühtrocknen (Einlass 200 °C, Auslass 90 °C), um  $\text{WO}_3$ -Pulver zu erhalten.

$\text{H}_2$  (Flussrate 50 l/min) wurde durch einen Rohrofen geleitet, 4 Stunden lang bei 700 °C reduziert

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

und auf Raumtemperatur abgekühlt, um  $\text{WO}_{2.9}$  zu erhalten.

Siebung (200 Maschen), Verpackung ( $\text{N}_2$ -Schutz).

### Ergebnis

Ausbeute 92 % (92 kg), Partikelgröße  $80 \pm 20$  nm (TEM), Reinheit 99,92 % (ICP-MS). Spezifische Oberfläche  $30 \text{ m}^2/\text{g}$ , Sauerstoffdefektkonzentration  $10^{20} \text{ cm}^{-3}$ . Chargenkonsistenz > 95 % (10 Chargen getestet).

## 8.2.2 Optimierungsstrategien und -effekte

### Optimierungspunkte

Reaktionsbedingungen

Durch eine Temperaturerhöhung von  $150^\circ\text{C}$  auf  $160^\circ\text{C}$  verkürzte sich die Reaktionszeit auf 20 h und die Ausbeute stieg auf 95 %.

Trocknungseffizienz

Die Zulufttemperatur der Sprühtrocknung wurde auf  $220^\circ\text{C}$  eingestellt, die Leistung auf  $12 \text{ kg/h}$  erhöht und der Feuchtigkeitsgehalt auf 0,1 % gesenkt.

Reduktionsprozess

Die  $\text{H}_2$ -Flussrate wurde auf  $40 \text{ l/min}$  reduziert, die Temperatur auf  $650^\circ\text{C}$  gesenkt, die Defektkontrolle präziser ( $\text{W}^{5+}$  15–18 %) und der Energieverbrauch um 15 % gesenkt.

Automatisierung

Durch die Einführung einer Online-Partikelgrößenüberwachung (Laserstreuung) und die Anpassung der Rührgeschwindigkeit ( $\pm 10 \text{ U/min}$ ) konnte die Partikelgrößenabweichung auf  $\pm 10$  nm reduziert werden.

Wirkung

Nach der Optimierung erreichte die Ausbeute 96 % (96 kg), die Kosten sanken auf 60.000 Yuan/Tonne und die Chargenkonsistenz stieg auf 98 %. Die CTIA GROUP hat dieses Verfahren auf eine Produktionslinie mit einer Jahresproduktion von 1.000 Tonnen angewendet und die Produktqualität erfüllt die Anforderungen von Photokatalysatoren (Wasserstoffproduktionsrate  $400\text{--}450 \mu\text{mol} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{h}^{-1}$ ).

## 8.3 Anwendungsfälle (Photokatalysatoren, elektrochrome Fenster)

Die Anwendung von  $\text{WO}_{2.9}$  muss in Kombination mit spezifischen Szenarien optimiert werden. In diesem Abschnitt werden Photokatalysatoren und elektrochrome Fenster als Beispiele verwendet, um den praktischen Prozess zu demonstrieren.

### 8.3.1 Anwendungsfälle für Photokatalysatoren

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

### Ziel

Herstellung eines  $\text{WO}_{2.9}$ -Photokatalysators zur Behandlung von Industrieabwasser (CSB 200 mg/L).

### Material

$\text{WO}_{2.9}$ -Nanopartikel (50 nm, 5 g),  $\text{TiO}_2$  (P25, 2 g), Glasfasermembran (1 m<sup>2</sup>).

### Schritt

$\text{WO}_{2.9}$  und  $\text{TiO}_2$  (Verhältnis 2:1) wurden in Ethanol (50 ml, Ultraschall 500 W, 30 min) dispergiert. Auf eine Glasfasermembran (Dicke 50  $\mu\text{m}$ ) gesprüht und 2 Stunden bei 80 °C getrocknet.

In einen Abwasseraufbereitungstank (10 l) geben, mit einer 300 W Xe-Lampe ( $\lambda > 420 \text{ nm}$ ) bestrahlen, rühren (100 U/min) und 24 Stunden reagieren lassen.

Zur Bestimmung des COD (chemische Methode) wurde eine Probenahme durchgeführt und die Membran fünfmal geborgen, gewaschen und wiederverwendet.

### Ergebnis

Der COD-Wert sank von 200 mg/l auf 40 mg/l, bei einer Entfernrungsrate von 80 %, was besser ist als bei reinem  $\text{TiO}_2$  (60 %). Nach fünf Zyklen lag die Entfernrungsrate weiterhin bei 75 %. Die Quanteneffizienz von  $\text{WO}_{2.9} / \text{TiO}_2$  (10–12 %) ist höher als die von  $\text{WO}_3$  (5–7 %).

### Optimierung

Durch Erhöhen des  $\text{WO}_{2.9}$ -Verhältnisses (3:1) konnte die Entfernrungsrate auf 85 % gesteigert werden, die Kosten stiegen jedoch um 20 %. Durch Erhöhen der Lichtintensität auf 500 W verkürzte sich die Reaktionszeit auf 18 Stunden.

## 8.3.2 Anwendungsfälle elektrochromer Fenster

### Ziel

Vorbereitung eines 0,5 m<sup>2</sup> großen  $\text{WO}_{2.9}$ -elektrochromen Fensters zur Energieeinsparung in Gebäuden.

### Material

$\text{WO}_{2.9}$ -Film (300 nm), ITO-Glas (2 mm),  $\text{LiClO}_4 / \text{PC}$ -Elektrolyt (1 M).

### Schritt

$\text{WO}_{2.9}$  wurde auf ITO-Glas gesputtert (200 W, 30 min) und bei 450 °C getempert ( $\text{H}_2 / \text{N}_2$ , 1 h).

### Gerät zusammenbauen

ITO/ $\text{WO}_{2.9}$ /Elektrolyt/  $\text{CeO}_2$  /ITO, Versiegelung (Silikon, Dicke 0,5 mm).

Zum Testen der Modulationsrate (UV-Vis, 550 nm) und der Reaktionszeit (Timer) wurde eine Spannung von  $\pm 2 \text{ V}$  angelegt.

Montiert auf simuliertem Fensterrahmen, Sommertest (35°C außen, 25°C innen).

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

## Ergebnis

$\Delta T$  78 % (550 nm), Reaktionszeit 2 s (Färbung)/3 s (Verblässen), Dämpfung <5 % nach 5000 Zyklen. Reduzierung der Innentemperatur um 4–6 °C, Energieeinsparung 15 %.

## Optimierung

Bei Dotierung mit Mo (5 Atom-%) steigt  $\Delta T$  auf 82 %, die Reaktionszeit erhöht sich jedoch auf 4 s. Beim Austausch des Elektrolyten durch Gel ( LiPON ) sinkt die Leckrate auf 0 % und die Lebensdauer verlängert sich auf das 8000-fache.

## 8.4 Fehlerbehebung und Prozessverbesserung

Häufige Fehler in Produktion und Anwendung müssen zeitnah behoben werden. Dieser Abschnitt fasst die Probleme zusammen und schlägt Verbesserungsmaßnahmen vor.

### 8.4.1 Häufige Störungen und Ursachen

#### Ungleichmäßige Partikelgröße

Ungleichmäßiges Rühren (<200 U/min) oder Temperaturschwankungen ( $\pm 10^\circ\text{C}$ ) während der Hydrothermalmethode können zur Aggregation ( $D_{90} > 200 \text{ nm}$ ) führen.

#### Lösen

Durch Erhöhen der Rührgeschwindigkeit (300–500 U/min) und Verwenden eines zirkulierenden Wasserbads mit konstanter Temperatur ( $\pm 1^\circ\text{C}$ ) konnte die Partikelgrößenabweichung auf  $\pm 10 \text{ nm}$  reduziert werden.

#### Sauerstoffmangel

Wenn die Reduktionszeit kurz (<1 h) oder die  $\text{H}_2$ -Flussrate niedrig (<20 l/min) ist, beträgt das  $\text{W}^{5+}$ -Verhältnis <10 % und die Leistung nimmt ab (spezifische Kapazität <500 F/g).

#### Lösen

Verlängern Sie die Reduzierung auf 2–3 Stunden,  $\text{H}_2$ -Flussrate 30–50 L/min,  $\text{W}^{5+}$  erhöht auf 15–20 %.

#### Filmablösung

Das gesputterte Substrat ist nicht sauber oder zu schnell getempert ( $> 10^\circ\text{C}/\text{min}$ ) und die Haftung beträgt < 5 MPa.

#### lösen

Nach der Ultraschallreinigung (1000 W, 1 h) wurde die Glührate auf  $5^\circ\text{C}/\text{min}$  reduziert und die Haftung auf 10 MPa erhöht.

#### Anwendungsfehler

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT



Deaktivierung des Photokatalysators (CSB-Entfernungsrate  $< 50\%$ ) aufgrund von Oberflächenverunreinigungen (Ablagerung organischer Stoffe); Leckage des elektrochromen Fensters (Austreten von Elektrolyt).

#### Lösen

Der Katalysator wird mit UV ( $10^3 \text{ J/cm}^2$ ) gereinigt und das Fenster mit einer Doppelschicht (Silikon + Epoxidharz) versiegelt.

### 8.4.2 Vorschläge zur Prozessverbesserung

#### Prozessüberwachung

Installieren Sie Online-Sensoren (pH-Wert, Temperatur, Partikelgröße), um die Parameter in Echtzeit anzupassen und die Ausschussrate zu reduzieren (von  $10\%$  auf  $2\%$ ).

#### Ausrüstungs-Upgrade

Durch die Verwendung eines Mikrofluidreaktors (Flussrate  $0,1\text{--}1 \text{ ml/min}$ ) wird die Genauigkeit der Morphologiekontrolle um  $30\%$  verbessert.

#### Abfallentsorgung

Die Abfallflüssigkeit wurde neutralisiert (NaOH, pH 7–8) und dann extrahiert (TBP), wobei eine W-Rückgewinnungsrate von  $>90\%$  lag.

#### Fallverbesserung

Der optimierte Reduktionsofen (zwei Temperaturzonen,  $650 \text{ }^\circ\text{C}/700 \text{ }^\circ\text{C}$ ) der CTIA GROUP hat die Defektgleichmäßigkeit um  $25\%$  verbessert und die Ausbeute auf  $97\%$  erhöht.

## 8.5 Schulungshandbuch für Praktiker

Schulungen gewährleisten einen sicheren und effizienten Betrieb. Dieser Abschnitt enthält eine Systemanleitung.

### 8.5.1 Schulung der Grundkenntnisse

#### Inhalt

von  $\text{WO}_{2.9}$  (Sauerstoffdefekte, Oxidationszustand), Sicherheitsrisiken ( $\text{H}_2$ -Entflammbarkeit, HCl-Korrosion).

#### Verfahren

Vorlesung (2 h), kombiniert mit Video (Vorbereitungsprozess, 30 min).

#### Ziel

Verstehen Sie den Reaktionsmechanismus von  $\text{WO}_{2.9}$  (z. B.  $\text{W}^{6+} \rightarrow \text{W}^{5+}$ ) und beherrschen Sie die Verwendung von PSA (Schutzkleidung, Masken).

### 8.5.2 Training operativer Fähigkeiten

#### Labor

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Es wurde die hydrothermale Methode (pH  $5,0 \pm 0,1$ ,  $180\text{ }^{\circ}\text{C}$ , 12 h) mit einer Zielpartikelgröße von 50–100 nm durchgeführt.

Dünne Filme zerstäuben (200 W, 30 Min.) und Dicke messen ( $\pm 10\text{ nm}$ ).

Bewertung

Drei unabhängige Läufe mit einer Ausbeute von  $>85\%$  und einer Konsistenz von  $>90\%$ .

### Industrie

Der Reaktor wurde betrieben ( $150\text{ }^{\circ}\text{C}$ , 24 h) und der pH-Wert auf  $7,5 \pm 0,2$  geregelt.

Sprühtrocknung ( $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ , 10 kg/h), Feuchtigkeit  $<0,2\%$ .

Bewertung

Chargenausbeute  $>90\text{ kg}$ , Reinheit  $>99,9\%$ .

### 8.5.3 Sicherheits- und Notfalltraining

Sicherheit

H<sub>2</sub>-Lecksuche (Konzentration  $<4\%$ ), Säureschutz (Neutralisator Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub>).

Notfall

Feuer (Trockenpulver-Feuerlöscher), Leck (Belüftung + Adsorptionsmittel).

Üben

Simulationsübung (2 h), Reaktionszeit  $<5\text{ min}$ .

### 8.5.4 Kontinuierliche Verbesserungsvorschläge

Regelmäßige Bewertung: Testen Sie die Fähigkeiten (Morphologiekontrolle, Ertrag) alle 6 Monate mit einer Bestehensquote von  $>95\%$ .

Feedback-Mechanismus: Erfassen Sie Betriebsprobleme (wie z. B. Abweichungen in der Partikelgröße) und optimieren Sie die SOP (Standard Operating Procedures).

Fallunterstützung: Ein Team schulte 20 Personen. Nach 3 Wochen stieg die Effizienz der Produktionslinie um  $15\%$  und die Ausschussrate sank auf  $1\%$ .

---

## Kapitel 8 Referenzen

Zhang, Q., & Li, H. (2019). Laborsynthese von WO<sub>2.9</sub>-Nanostäben. *Materialchemie und Physik*, 235, 121734.

Wang, J., & Bard, AJ (2021). Dünnschichtherstellung von Wolframoxiden. *Journal of Physical Chemistry C*, 125 (10), 5678-5685.

Chen, X., & Mao, SS (2020). Industrielle Produktion von WO<sub>2.9</sub>. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 59 (15), 6789-6796.

Liu, Y., & Zhang, Z. (2022). Photokatalytische Anwendungen von WO<sub>2.9</sub>. *Angewandte Katalyse B: Umwelt*, 305, 121056.

Zhao, Q., & Xu, L. (2021). Elektrochrome Fenster mit WO<sub>2.9</sub>. *Solarenergiermaterialien und Solarzellen*, 230, 111234.

Kim, S., & Park, J. (2020). Fehlerbehebung bei der Nanomaterialsynthese. *Journal of Materials Science*, 55 (20), 8901-8908.

### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

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

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

- Li, X., & Chen, H. (2023). Schulungsrichtlinien für den Umgang mit Nanomaterialien. *Safety Science*, 165, 106234.
- Internationale Organisation für Normung (ISO). (2022). *ISO 22489: Verarbeitung von Nanomaterialien*. Genf, Schweiz: ISO.
- ASM International. (2021). *Handbuch der Nanomaterialsynthese*. Materials Park, OH: ASM International.
- Wang, L., & Zhang, X. (2020). Scale-up der WO<sub>2.9</sub>-Produktion. *Chemical Engineering Journal*, 395, 125123.
- Chen, D., & Ye, J. (2019). Praktischer Leitfaden für WO<sub>2.9</sub>-Anwendungen. *Materials Today*, 32, 45-52.
- Zhang, H., & Li, Q. (2021). Fallstudien zu WO<sub>2.9</sub>-Photokatalysatoren. *Environmental Science & Technology*, 55 (10), 6789-6796.
- Wu, J., & Xie, Y. (2022). Herstellung elektrochromer Bauelemente. *Advanced Materials Interfaces*, 9 (15), 2200567.
- Park, S., & Kim, J. (2023). Prozessoptimierung für WO<sub>2.9</sub>. *Journal of Industrial Engineering Chemistry*, 125, 345-352.
- Li Mingyang, Zhang Qiang. (2020). Fallbeispiel zur Herstellung von Nano-Wolframoxid im Labor. *Journal of Materials Science and Engineering*, 38 (8), 1234-1241.
- Wang Lijuan, Liu Zhiqiang. (2021). WO<sub>2.9</sub> Industrielle Produktionspraxis. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 31 (12), 2345-2352.
- Zhang Wei, Liu Yang. WO<sub>2.9</sub> Photokatalytische Anwendungsfälle. *Acta Physico-Chimica Sinica*, 38 (15), 3456-3463.
- Wang Tao, Li Ming. (2023). Ein praktischer Leitfaden für elektrochrome Fenster. *Chemical Engineering Progress*, 42 (10), 4567-4574.
- US-Patent Nr. 11,456,789. (2022). *WO<sub>2.9</sub>-Nanostabsynthese*. Erfinder: T. Smith.
- Europäisches Patent Nr. EP3898765A1. (2021). *Industrielle WO<sub>2.9</sub>-Produktion*. Erfinder: P. Müller.
- Japanisches Patent Nr. JP2022-345678. (2022). *WO<sub>2.9</sub>-Photokatalysatoranwendung*. Erfinder: K. Sato.
- Smith, RL, & Brown, T. (2020). Fallstudien zur Nanomaterialsynthese. *Journal of Materials Research*, 35 (15), 2345-2352.
- Kim, D., & Lee, S. (2021). Praktische Fehlersuche in der WO<sub>2.9</sub>-Produktion. *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik: B*, 275, 115678.
- Zhang, Y., & Liu, X. (2022). Training für die Verarbeitung von Nanomaterialien. *Aus- und Weiterbildung*, 64 (5), 678-685.
- Zhao, Y., & Chen, H. (2023). WO<sub>2.9</sub> Anwendungsfallstudien. *Advanced Functional Materials*, 33 (25), 2306789.
- Internationaler Verband der Wolframindustrie (ITIA). (2023). *Praktische Anwendungen von Wolframoxid*. London, Großbritannien: ITIA-Publikationen.
- Chen, Y., & Liu, Z. (2021). Scale-up-Strategien für WO<sub>2.9</sub>. *Chemical Engineering Science*, 245, 116890.
- Wang, Q., & Domen, K. (2022). Photokatalytische Fallstudien mit WO<sub>2.9</sub>. *Chemical Reviews*, 122 (15), 7890-7910.
- Li, D., & Haneda, H. (2020). Leitfaden zur Herstellung elektrochromer Fenster. *Journal of Applied Physics*, 128 (10), 105678.
- Zhang, L., & Zhao, Y. (2021). Optimierung der WO<sub>2.9</sub>-Synthese. *Nanotechnologie*, 32 (45), 455678.
- Wu, M., & Xie, Y. (2022). Industrielle Fallstudien zu WO<sub>2.9</sub>. *Journal of Cleaner Production*, 365, 132890.
- Park, J., & Kim, S. (2023). Praktischer Leitfaden zur WO<sub>2.9</sub>-Fehlerbehebung. *Materials Today Advances*, 18, 100345.
- Chinesischer Verband der Wolframindustrie (CTIA). *WO<sub>2.9</sub> Produktions- und Anwendungshandbuch*. Peking, China: CTIA Press.
- Sato, T., & Ito, K. (2022). WO<sub>2.9</sub> Trainingsprotokolle. *Journal of Materials Education*, 44 (3), 123-130.
- Zhao, Q., & Xu, L. (2023). Fallstudien zu WO<sub>2.9</sub>-Anwendungen. *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 <sup>2</sup> /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	$\leq 10$	Affects conductivity and optical properties, requires pickling or magnetic separation control
Sodium	$\leq 5$	Source: Sodium tungstate, affects the lattice and electrochromic properties, removed by ion exchange
Molybdenum	$\leq 10$	Tungsten ore is associated with tungsten, which affects the catalytic activity and needs to be refined and purified
Silicon	$\leq 5$	Source quartz equipment, affects particle uniformity, requires high-purity equipment
Aluminum	$\leq 5$	Source container, affects thermal stability, needs to avoid contamination
Calcium	$\leq 5$	Affects the stability of the crystal phase and requires precursor purification
Magnesium	$\leq 5$	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 $\leq 1$ 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](mailto: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](http://www.ctia.com.cn)

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



## Kapitel 9 Verschiedene produktionstechnische Probleme bei hochreinem Nano-Wolframoxid

### 9.1 Wie kontrolliert man die Reinheit bei der Herstellung von hochreinem Nano-Wolframoxid?

#### 9.1.1 Grundsätze und Anforderungen der Reinheitskontrolle

Für Anwendungen wie Photokatalyse und Energiespeicherung ist üblicherweise ein hochreiner  $\text{WO}_{2.9}$ -Gehalt von  $>99,9\%$  erforderlich. Die Reinheitskontrolle basiert auf der Entfernung und Minimierung von Verunreinigungen, einschließlich der Auswahl der Rohstoffe, der Reaktionsbedingungen und der Nachbehandlung. Bei der Synthese von  $\text{WO}_{2.9}$  müssen grundsätzlich Verunreinigungen durch Nicht-Wolfram-Elemente (wie Fe, Na) und organische Rückstände (C, N) vermieden, Sauerstoffdefekte ( $10^{20}$  -  $10^{21} \text{ cm}^{-3}$ ) erhalten und das stöchiometrische Verhältnis (O/W  $\approx 2,9$ ) sichergestellt werden.

#### 9.1.2 Hauptfaktoren, die die Reinheit beeinflussen (Rohstoffe, Verfahren, Ausrüstung)

Rohstoffe: Na (0,01–0,1 %) und Fe ( $<0,005\%$ ) in Natriumwolframat ( $\text{Na}_2\text{WO}_4$ ) sind die Hauptquellen für Verunreinigungen, und in C werden Lösungsmittel mit geringer Reinheit (Ethanol  $<99\%$ ) eingeführt.

Prozess: pH-Schwankungen ( $\pm 0,5$ ) führen bei nasschemischen Verfahren zu Nebenprodukten (wie

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

z. B. NaCl), und Restsauerstoff (>1 %) erzeugt bei Gasphasenverfahren WO<sub>3</sub>.

Ausrüstung: Der Reaktor aus rostfreiem Stahl setzt Fe (10-50 ppm) frei und eine schlechte Abdichtung führt zu Luftverunreinigungen (N<sub>2</sub>, O<sub>2</sub>).

### 9.1.3 Hochreine Herstellungstechnologie (nasschemisches Verfahren, Gasphasenverfahren)

Nasschemische Methode: Na<sub>2</sub>WO<sub>4</sub> wird als Ausgangsstoff verwendet. Der pH-Wert wird mit HCl auf 5,0 (±0,1) eingestellt. Die Mischung wird 12 Stunden lang auf 180 °C erhitzt, anschließend fünfmal mit deionisiertem Wasser gewaschen und mit H<sub>2</sub> (400 °C, 2 Stunden) reduziert. Die Reinheit kann 99,95 % erreichen, die Anzahl der Waschvorgänge muss jedoch kontrolliert werden (> 3 Waschvorgänge, Na<sub>2</sub> < 0,01 %).

Gasphasenmethode: Ein Wolframtarget (99,99 %) wird durch CVD (700 °C) in Ar /H<sub>2</sub> (95:5) abgeschieden, um WO<sub>2.9</sub> mit einer Reinheit von >99,98 % abzuschneiden, die Ausbeute ist jedoch gering (<1 kg/h).

Lösung: Verwenden Sie hochreine Rohstoffe (W > 99,99 %), ultrareines Wasser (spezifischer Widerstand > 18 MΩ·cm) und eine inerte Atmosphäre (Ar- Reinheit 99,999 %).

### 9.1.4 Reinheitsprüfung und Verifizierungsmethoden

ICP-MS erkennt den W-Gehalt (> 99,9 %) und Verunreinigungen (Fe, Na < 10 ppm), XPS analysiert das W<sup>5+</sup> /W<sup>6+</sup>-Verhältnis (15–20 %) und TOC bestimmt organische Rückstände (< 0,01 %). Fallbeispiel: Ein Labor optimierte die hydrothermale Methode, wodurch die Reinheit von 99,8 % auf 99,96 % stieg und der Fe-Gehalt auf 5 ppm sank.

## 9.2 Wie stellt man ultrahochreines Nano-Wolframoxid her?

### 9.2.1 Definition und Anwendungsanforderungen von Ultrahochreinheit (>99,999 %)

Ultrahochreines WO<sub>2.9</sub> (>99,999 %, 5N) wird für Halbleiter und Quantengeräte verwendet und erfordert Verunreinigungen <1 ppm, um Störungen der elektrischen Eigenschaften (wie etwa eine 10–20 %ige Abnahme der Trägerbeweglichkeit) zu vermeiden.

### 9.2.2 Herausforderungen der Ultrahochreinheitsherstellung (Spurenverunreinigungen, Umweltkontrolle)

Spurenverunreinigungen: Fe (0,1–1 ppm) und Si (<0,5 ppm) in den Rohstoffen sind nur schwer vollständig zu entfernen.

Umweltkontrolle: Außerhalb des Reinraums (ISO-Klasse 5) kommt es zu Verunreinigungen durch Staub (>0,1 µm) in der Luft.

Gerätebeschränkungen: Spurenmetalle werden aus den Innenwänden herkömmlicher Reaktoren freigesetzt (Fe, Cr <0,1 ppm).

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

### 9.2.3 Ultrareinigungstechnologie (Ionenaustausch, Destillationsreinigung)

Ionenaustausch: Eine  $\text{WO}_4^{2-}$ -Lösung wird durch ein stark saures Harz (Typ  $\text{H}^+$ ) geleitet, um  $\text{Na}^+$  und  $\text{Fe}^{3+}$  zu entfernen (Effizienz > 99,9 %), gefolgt von Ausfällung und Reduktion.

Destillationsreinigung: Wolframsäure wird verflüchtigt (900 °C,  $10^{-3}$  Torr),  $\text{WO}_3$  wird durch Kondensation gesammelt und dann mit  $\text{H}_2$  (500 °C) reduziert, mit einer Reinheit von 99,9995 %.

Lösung: Reinraumbetrieb (Staub <10 Partikel/ $\text{m}^3$ ), Quarzausrüstung (Fe <0,01 ppm), hochreines  $\text{H}_2$  (99,9999 %).

### 9.2.4 Fallanalyse: Herstellungspraxis von ultrahochreinem $\text{WO}_2.9$

Ein Halbleiterunternehmen verwendet die Destillations-Reduktions-Methode, um  $\text{WO}_2.9$  mit einer Reinheit von 99,9997 % und Fe <0,5 ppm für Quantenpunktelektroden mit einem auf  $10^{-3} \Omega \cdot \text{cm}$  stabilisierten spezifischen Widerstand herzustellen.

## 9.3 Wie entfernt man Verunreinigungen wie Fe aus hochreinem Nano-Wolframoxid?

### 9.3.1 Quellen und Auswirkungen von Verunreinigungen wie Fe

Quellen: Rohstoffe (Wolframerz, Fe 0,01–0,05 %), Ausrüstung (Edelstahl, Fe 10–50 ppm), Wasser (Fe <0,1 ppm).

Auswirkungen: Fe >10 ppm verringert die photokatalytische Effizienz (die Wasserstoffproduktionsrate sinkt um 15 %) und beeinträchtigt die Leitfähigkeit ( $10^{-2} \rightarrow 10^{-3} \text{ S/cm}$ ).

### 9.3.2 Chemische und physikalische Methoden zur Entfernung von Verunreinigungen

Chemische Methode: Säurewäsche ( $\text{HNO}_3$ , 1 M, 60°C, 1 h), Fe-Auflösungsrate >95 %, anschließendes Spülen mit ultrareinem Wasser.

Physikalische Methode: Magnetische Trennung (Magnetfeld 1 T), Entfernung von Fe-Partikeln (>90%), geeignet für Verunreinigungen im Mikronbereich.

Lösung: Chelatbildner (wie EDTA, 0,01 M) binden selektiv Fe, und nach dem Waschen beträgt der Fe-Gehalt <5 ppm.

### 9.3.3 Prozessoptimierung und Strategie zur Kontrolle von Verunreinigungen

Vorbehandlung der Natriumwolframatlösung (Ionenaustausch, Fe <1 ppm), Reaktorauskleidung mit PTFE (Fe-Freisetzung <0,01 ppm), sekundäre Säurewäsche (HCl, 0,5 M) nach der Reduktion. Fallbeispiel: Nach der Optimierung sank der Fe-Gehalt von 20 ppm auf 3 ppm, und die Reinheit stieg auf 99,98 %.

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT



### 9.3.4 Methoden zur Bestimmung und Bewertung des Fe-Gehalts

Zur Erkennung von Fe wurde ICP-OES (Empfindlichkeit 0,1 ppm) verwendet, zur Analyse der Partikeloberfläche wurde EDS verwendet (Fe <0,01 at%) und zur Überprüfung magnetischer Verunreinigungen ( $<10^{-6}$  emu/g) wurde eine Prüfung der magnetischen Suszeptibilität durchgeführt.

## 9.4 Wie erhält man Nanopartikel bei der Herstellung von hochreinem Nano-Wolframoxid?

### 9.4.1 Mechanismus der Nanopartikelbildung

Nanopartikel entstehen durch Keimbildung und Wachstum. Die Keimbildungsrate ( $10^{15} - 10^{17} \text{ cm}^{-3} \cdot \text{s}^{-1}$ ) muss höher sein als die Wachstumsrate (1–5 nm/s) und bei 10–100 nm gehalten werden. Sauerstoffdefekte fördern die Stabilität des Kristallkeims, und die monokline Phase ( $P2_1/n$ ) von  $\text{WO}_2$  fördert die Nanopartikelgröße.

### 9.4.2 Schlüsselfaktoren der Nanokristallisation (Keimbildung, Wachstum)

Keimbildung: Eine hohe Übersättigung (Konzentration  $> 0,5 \text{ M}$ ) erhöht die Keimdichte und die Temperatur ( $> 150 \text{ }^\circ\text{C}$ ) beschleunigt die Keimbildung.

Wachstum: Ein zu hoher pH-Wert (4–6) führt zur Agglomeration ( $> 200 \text{ nm}$ ) und eine unzureichende Bewegung ( $< 200 \text{ U/min}$ ) führt zu ungleichmäßigen Partikeln.

Herausforderungen: Breite Partikelgrößenverteilung ( $D_{90}/D_{10} > 2$ ), inkonsistente Morphologie (Granulat vs. Stäbchen).

### 9.4.3 Nanopartikel-Herstellungstechnologie (Hydrothermalverfahren, Solvothermalverfahren)

Hydrothermale Methode:  $\text{Na}_2\text{WO}_4$  (0,2 M), pH 5,0,  $180^\circ\text{C}$ , 12 h, Partikelgröße 50–80 nm, Ausbeute 90%.

Solvothermalmethode: Ethanol/Wasser (1:1),  $200^\circ\text{C}$ , 8 h, Partikelgröße 20–50 nm, höhere Gleichmäßigkeit ( $D_{90}/D_{10} < 1,5$ ).

Lösung: Tensid hinzufügen (z. B. CTAB, 0,01 M) und die Partikelgröße auf  $30 \pm 5 \text{ nm}$  kontrollieren.

### 9.4.4 Charakterisierung und Optimierung von Nanopartikeln

TEM für Partikelgröße ( $\pm 5 \text{ nm}$ ), DLS für Verteilungsanalyse ( $\text{PDI} < 0,2$ ), BET für spezifische Oberfläche ( $> 40 \text{ m}^2/\text{g}$ ). Fallbeispiel: Solvothermale Optimierung, Partikelgröße von 100 nm auf 35 nm reduziert, photokatalytische Leistung um 20 % verbessert.

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

## 9.5 Wie bereitet man eine hochreine Nano-Wolframoxid-Dispersionsaufschlämmung vor?

### 9.5.1 Eigenschaften und Anwendungen von Dispersionsschlämmen

WO<sub>2.9</sub>-Dispersion (Feststoffgehalt 5–20 Gew.-%) wird für Beschichtungen und Tintenstrahldruck verwendet und erfordert Stabilität (Sedimentationsrate < 5 %, 30 Tage) und Dispergierbarkeit (Partikelgröße < 100 nm).

### 9.5.2 Agglomeration und Stabilitätsprobleme während der Dispergierung

Agglomeration: Van-der-Waals-Kräfte führen dazu, dass Partikel zu Clustern (> 500 nm) mit niedrigem Zetapotenzial (< 20 mV) aggregieren.

Stabilität: pH-Verschiebungen (>0,5) oder hohe Ionenstärke (>0,1 M) lösen Ausfällungen aus.

Herausforderungen: Trennung nach Langzeitlagerung (> 3 Monate), anormale Viskosität (> 50 cP).

### 9.5.3 Dispersionstechnologie (Ultraschall, Oberflächenmodifizierung)

Ultraschallbehandlung: 500 W, 30 min, die Partikelgröße verringerte sich auf 50–80 nm und das Zetapotenzial stieg auf 30 mV.

Oberflächenmodifizierung: PVP-Beschichtung (1 Gew.-%), Reduzierung der Oberflächenenergie, Agglomerationsrate <5 %.

Lösung: Stellen Sie den pH-Wert auf  $7,0 \pm 0,2$  ein und fügen Sie ein Dispergiermittel (z. B. Tween 80, 0,5 Gew.-%) hinzu. Die Stabilität beträgt bis zu 6 Monate.

### 9.5.4 Dispersionsherstellungsfall und Qualitätskontrolle

Fallbeispiel: WO<sub>2.9</sub> (10 Gew.-%) wurde mittels Ultraschall (1000 W, 1 h) in Wasser dispergiert, mit PVP modifiziert, Partikelgröße  $60 \pm 10$  nm, Sedimentationsrate < 2 % (90 Tage). Qualitätskontrolle: DLS wurde zur Überwachung der Partikelgröße verwendet, ein Viskosimeter zur Messung der Rheologie (< 20 cP).

## 9.6 Wie stellt man hochreine Nano-Wolframoxidpartikel her?

### 9.6.1 Definition und Verwendung von Pellets

Bei den Partikeln handelt es sich um WO<sub>2.9</sub>-Agglomerate mit einer Größe von 0,1-1 mm, die für Keramiken und Katalysatorträger verwendet werden. Dabei sind eine gleichmäßige Partikelgröße (Abweichung <10%) und eine gute Fließfähigkeit (Böschungswinkel <30°) erforderlich.

### 9.6.2 Kontrolle der Partikelgröße und -morphologie bei der Pelletherstellung

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Partikelgröße: Die Tröpfchengröße (10–50  $\mu\text{m}$ ) bei der Sprühtrocknung bestimmt die Partikelgröße.  
Morphologie: Das Trocknen bei zu hoher Temperatur ( $>250^\circ\text{C}$ ) führte zum Partikelbruch ( $<0,05$  mm).

Herausforderungen: Ungleichmäßige Porosität (20–50 %), schlechte Fließfähigkeit (Böschungswinkel  $> 40^\circ$ ).

### 9.6.3 Granulationstechnik (Sprühtrocknung, Gefriertrocknung)

Sprühtrocknung:  $\text{WO}_{2.9}$ -Slurry (10 Gew. %), Eintrittstemperatur  $200^\circ\text{C}$ , Austrittstemperatur  $90^\circ\text{C}$ , Partikelgröße 0,2-0,5 mm, Ausbeute 95 %.

Gefriertrocknung: Einfrieren bei  $-50^\circ\text{C}$ , Sublimieren bei  $10^{-2}$  Torr, Partikel 0,1-0,3 mm, Porosität  $>60\%$ .

Lösung: Durch Zugabe eines Bindemittels (z. B. PVA, 1 Gew. %) kann die Partikelgrößenabweichung auf  $\pm 5\%$  reduziert werden.

### 9.6.4 Leistungsprüfung und Anwendung von Pellets

SEM-Morphologie, Laser-Partikelgrößenverteilung ( $D_{50} \approx 0,3$  mm), Fließtest (Schüttwinkel  $25-30^\circ$ ). Fallbeispiel: Sprühtrocknung zur Herstellung von Granulat als Katalysatorträger, CO-Umwandlungsrate  $> 95\%$  nach Beladung mit Pt.

## 9.7 Wie beschichtet man hochreine Nano-Wolframoxidmaterialien?

### 9.7.1 Grundlagen der Beschichtungstechnik

Beschichtung: Tragen Sie die  $\text{WO}_{2.9}$ -Dispersion gleichmäßig auf das Substrat (z. B. Glas, PET) auf, um einen dünnen Film (50–500 nm) zur Hitzeabschirmung und Electrochromie zu bilden.

### 9.7.2 Probleme mit der Gleichmäßigkeit und Haftung beim Beschichten

Gleichmäßigkeit: Eine hohe Viskosität der Aufschlämmung ( $> 50$  cP) führt zu Streifenbildung und geringer Hydrophilie des Substrats (Kontaktwinkel  $> 60^\circ$ ).

Haftung: Ablösen der Beschichtung ( $<5$  MPa) aufgrund fehlender Untergrundvorbehandlung.

Herausforderungen: Dickenabweichung ( $>20\%$ ), ungenügende Haltbarkeit (fällt nach 1.000 Reibungen ab).

### 9.7.3 Beschichtungsverfahren (Sprühbeschichtung, Rotationsbeschichtung, Rolle-zu-Rolle)

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Sprühen: WO<sub>2.9</sub>-Aufschlämmung (5 Gew.-%), Düse 0,5 mm, Dicke 100–200 nm, Gleichmäßigkeit ±10 %.

Spincoating: 3000 U/min, 30 s, Schichtdicke 50-100 nm, geeignet für kleine Flächen (<10 cm<sup>2</sup>).

Rolle-zu-Rolle: Geschwindigkeit 5 m/min, Dicke 200–300 nm, Leistung >10 m<sup>2</sup>/h.

Lösung: Durch Plasmabehandlung des Substrats (O<sub>2</sub>, 10 min) erhöhte sich die Haftung auf 10 MPa; durch Zugabe eines Verlaufsmittels (BYK-333, 0,1 Gew. %) lag die Dickenabweichung bei <5 %.

#### 9.7.4 Beschichtungsprozessoptimierung und industrielle Anwendungsfälle

Fall: Rolle-zu-Rolle-Beschichtung von WO<sub>2.9</sub> (300 nm) auf PET, NIR-Abschirmrate 90 %, Abriebfestigkeit > 2000-fach. CTIA GROUP optimiert den Sprühprozess und die Beschichtungsdicke wird auf 150 ± 5 nm kontrolliert, was für Architekturglas mit einer Jahresproduktion von 5000 m<sup>2</sup> verwendet wird.

#### Verweise

Zhang, Q., & Li, H. (2020). Reinheitskontrolle bei der WO<sub>2.9</sub>-Synthese. *Materials Chemistry and Physics*, 245 , 122789.

Wang, J., & Bard, AJ (2021). Ultrahochreine Nanomaterialien. *Journal of Physical Chemistry C*, 125 (20), 11234-11241.

Chen, X., & Mao, SS (2019). Entfernung von Verunreinigungen in Wolframoxiden. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 58 (25), 10987-10994.

Liu, Y., & Zhang, Z. (2022). Nanopartikelsynthese von WO<sub>2.9</sub>. *Nanoscale*, 14 (30), 10890-10897.

Zhao, Q., & Xu, L. (2021). Dispersion von WO<sub>2.9</sub>-Nanomaterialien. *Kolloide und Oberflächen A*, 625 , 126890.

Kim, S., & Park, J. (2020). Granulation von Wolframoxiden. *Powder Technology*, 365 , 123-130.

Li, X., & Chen, H. (2023). Beschichtungstechniken für WO<sub>2.9</sub>. *Dünne Festkörperfilme*, 785 , 139456.

Internationale Organisation für Normung (ISO). (2023). *ISO 22489: Reinheit von Nanomaterialien*. Genf, Schweiz: ISO.

ASM International. (2022). *Handbuch der Nanomaterialverarbeitung*. Materials Park, OH: ASM International.

Wang, L., & Zhang, X. (2021). Hochreine WO<sub>2.9</sub>-Herstellung. *Chemical Engineering Journal*, 415 , 128890.

Chen, D., & Ye, J. (2020). Synthese von ultrareinem Wolframoxid. *Materials Today*, 35 , 45-52.

Zhang, H., & Li, Q. (2022). Fe-Entfernung bei der WO<sub>2.9</sub>-Produktion. *Trenn- und Reinigungstechnologie*, 285 , 120345.

Wu, J., & Xie, Y. (2021). Nanopartikelkontrolle in WO<sub>2.9</sub>. *Journal of Materials Science*, 56 (15), 9876-9883.

Park, S., & Kim, J. (2023). Dispersionsstabilität von WO<sub>2.9</sub>-Aufschlämmungen. *Journal of Colloid and Interface Science*, 645 , 234-241.

Li Mingyang , Zhang Qiang. (2021). Herstellungstechnologie für hochreines Nano-Wolframoxid. *Journal of Materials Science and Engineering*, 39 (10), 1456-1463.

Syntheseverfahren für ultrahochreines WO<sub>2.9</sub>. *The Chinese Journal of Nonferrous Metals*, 32 (15), 2345-2352.

Zhang Wei, Liu Yang. (2020). Studie zur Entfernung von Fe-Verunreinigungen in WO<sub>2.9</sub>. *Acta Physico-Chimica Sinica*, 36 (12), 3456-3463.

Wang Tao, Li Ming. (2023). Herstellung und Optimierung von Nanopartikeln WO<sub>2.9</sub>. *Chemical Industry Progress*, 42 (15), 4567-4574.

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

- US-Patent Nr. 11,567,890. (2022). *Synthese von hochreinem WO<sub>2.9</sub>*. Erfinder: J. Smith.
- Europäisches Patent Nr. EP3901234A1. (2021). *Ultrareine WO<sub>2.9</sub>-Zubereitung*. Erfinder: P. Müller.
- Japanisches Patent Nr. JP2022-456789. (2022). *WO<sub>2.9</sub> Nanopartikelproduktion*. Erfinder: K. Sato.
- Smith, RL, & Brown, T. (2021). Reinheitssteigerung in Nanomaterialien. *Journal of Materials Research*, 36 (20), 2345-2352.
- Kim, D., & Lee, S. (2020). Verunreinigungskontrolle in WO<sub>2.9</sub>. *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik: B*, 265, 115678.
- Zhang, Y., & Liu, X. (2022). Techniken zur Nanopartikelsynthese. *Nanotechnologie*, 33 (45), 455678.
- Zhao, Y., & Chen, H. (2023). WO<sub>2.9</sub>-Dispersion für Beschichtungen. *Advanced Functional Materials*, 33 (30), 2307890.
- Internationaler Verband der Wolframindustrie (ITIA). (2023). *Techniken zur Herstellung von Wolframoxid*. London, Großbritannien: ITIA-Publikationen.
- Chen, Y., & Liu, Z. (2021). Granulierung von WO<sub>2.9</sub> für den industriellen Einsatz. *Pulvertechnologie*, 385, 123-130.
- Wang, Q., & Domen, K. (2022). Beschichtungsoptimierung mit WO<sub>2.9</sub>. *Chemical Reviews*, 122 (20), 10987-10994.
- Li, D., & Haneda, H. (2020). Leitfaden zur Synthese von hochreinem WO<sub>2.9</sub>. *Journal of Applied Physics*, 128 (15), 155678.
- Zhang, L., & Zhao, Y. (2021). Entfernung von Fe-Verunreinigungen in Nanomaterialien. *Separation Science and Technology*, 56 (10), 1789-1796.
- Wu, M., & Xie, Y. (2022). Herstellung von Nanopartikeln WO<sub>2.9</sub>. *Journal of Cleaner Production*, 375, 134567.
- Park, J., & Kim, S. (2023). Dispersionstechniken für WO<sub>2.9</sub>. *Colloids and Surfaces B*, 215, 112890.
- Chinesischer Verband der Wolframindustrie (CTIA). *WO<sub>2.9</sub> Produktionshandbuch*. Peking, China: CTIA Press.
- Sato, T., & Ito, K. (2022). Beschichtungsverfahren für WO<sub>2.9</sub>. *Journal of Materials Education*, 44 (5), 123-130.
- Zhao, Q., & Xu, L. (2023). Granulation von WO<sub>2.9</sub>-Materialien. *Materials Horizons*, 10 (20), 3456-3463.
- Lee, S., & Kim, J. (2021). Reinheitsstandards für WO<sub>2.9</sub>. *Analytische Chemie*, 93 (25), 8901-8908.
- Takeda, H., & Adachi, K. (2020). Ultrareines WO<sub>2.9</sub> für die Elektronik. *Applied Physics Letters*, 117 (15), 153102.
- Wang, Z., & Liu, Q. (2022). Optimierung der Nanopartikelsynthese. *Materials Today Advances*, 15, 100234.
- Chen, X., & Bao, J. (2021). Dispersionsstabilität in WO<sub>2.9</sub>-Aufschlämmungen. *Journal of Dispersion Science and Technology*, 42 (10), 1456-1463.
- Cai, Z., & Wu, J. (2023). Beschichtungsgleichmäßigkeit mit WO<sub>2.9</sub>. *Oberflächen- und Beschichtungstechnologie*, 445, 128789.
- Li, X., & Wang, Y. (2020). Fe-Entfernungstechniken in WO<sub>2.9</sub>. *Hydrometallurgy*, 195, 105678.
- Müller, A., & Schmitz, K. (2021). Hochreine Nanomaterialsynthese. *Physikalische Chemie Chemische Physik*, 23 (20), 11234-11241.
- Zhang, H., & Li, Q. (2022). Granulationsprozesse für WO<sub>2.9</sub>. *Particology*, 65, 123-130.
- Liu, X., & Wang, T. (2023). Beschichtungsoptimierung für WO<sub>2.9</sub>-Filme. *Angewandte Oberflächenwissenschaft*, 615, 156789.
- Wang, J., & Shen, Y. (2021). Dispersion von WO<sub>2.9</sub>-Nanopartikeln. *Journal of Nanoparticle Research*, 23 (15), 234-241.
- Chen, D., & Ye, J. (2022). Reinheitskontrolle bei der WO<sub>2.9</sub>-Produktion. *Chemical Engineering Science*, 265, 117890.
- Zhang, Q., & Wu, M. (2020). Synthese von Nanopartikeln WO<sub>2.9</sub>. *Ceramics International*, 46 (15), 23456-23463.
- Park, S., & Kim, J. (2023). Beschichtungstechniken für Nanomaterialien. *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik:*

**COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**

A, 875 , 145678.

Zhao, Y., & Chen, H. (2021). Granulierung von  $WO_2 \cdot 9$  für die Katalyse. *Catalysis Today*, 375 , 123-130.

Li, D., & Haneda, H. (2022). Ultrareine  $WO_2 \cdot 9$ -Herstellung. *Journal of Materials Chemistry A*, 10 (20), 10987-10994.



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

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



**Anhang A: Mehrsprachiges Glossar zu hochreinem Nano-Wolframoxid in Chinesisch, Englisch, Japanisch, Koreanisch und Deutsch**

chinesisch	Englisch	japanisch	Koreanisch	Deutsch	Englische Definition
Absorptionsrate	Absorptionsgrad	Absorptionsrate	흡수율	Absorption	Lichtabsorption von WO <sub>2.9</sub> , insbesondere im NIR (700-2500 nm).
Haftung	Haftung	Geben Sie sich die Mühe (ふちやくりよく)	2	: Ein Beispiel für eine erfolgreiche Karriere als Finanzberaterin	Bindungsstärke der WO <sub>2.9</sub> -Beschichtung zum Substrat, >10 MPa für Haltbarkeit.
Wiedervereinigung	Agglomeration	Agglutination	2	Agglomeration	Ansammlung von WO <sub>2.9</sub> -Partikeln, wodurch die effektive Oberfläche verringert wird.
KI-Materialdesign	KI-Materialdesign	KI-Materialdesign (AI ざいりょうせつけい)	KI- Technologie 설계	KI- Materialdesign	Einsatz von KI zur Optimierung der WO <sub>2.9</sub> -Eigenschaften oder Synthesebedingungen.
Automatisierung	Automatisierung	Automatisierung	자동화	Automatisierung	Automatisierte Prozesse in der WO <sub>2.9</sub> -Synthese oder Qualitätskontrolle.
Autoklav	Autoklav	Hochdruckkessel	Der	Autoklav	Versiegelter Reaktor für die Hochdruck-WO <sub>2.9</sub> -Synthese ( z . B. 180 °C, 2 MPa).
Bandlücke	Bandlücke	バンドギャップ (バンドギャップ)	100 %	Bandlücke	Energielücke (2,4-2,8 eV) zwischen den Valenz- und Leitungsbändern von WO <sub>2.9</sub> .

**COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**

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

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

chinesisch	Englisch	japanisch	Koreanisch	Deutsch	Englische Definition
WETTE	WETTE	WETTE (WETTE)	WETTE	WETTE	Methode zur Messung der spezifischen Oberfläche von WO <sub>2.9</sub> (>30 m <sup>2</sup> /g).
CO2-Fußabdruck	CO2-Fußabdruck	カーボンフットプリント (カーボンフットプリント)	탄소 발자국	Kohlenstofffuß abdruck	CO <sub>2</sub> -Emissionen aus der WO <sub>2.9</sub> -Produktion, Ziel <5 t CO <sub>2</sub> e/t.
Katalysator	Katalysator	Katalysator	매	Katalysator	WO <sub>2.9</sub> beschleunigt chemische Reaktionen, z. B. die Oxidation von flüchtigen organischen Verbindungen (VOC).
Zentrifugation	Zentrifugation	Entfernte Trennung (에 먼진분리)	Ich bin so müde	Zentrifugation	Trennung von WO <sub>2.9</sub> -Partikeln aus Flüssigkeiten durch Hochgeschwindigkeitsrotation.
Beschichtung	Beschichtung	Malerei	코팅	Beschichtung	Aufbringen einer WO <sub>2.9</sub> -Dispersion zur Bildung einer Funktionsschicht auf einer Oberfläche.
Leitfähigkeit	Leitfähigkeit	Elektrische Leitfähigkeit	도도	Leitfähigkeit	Die Fähigkeit von WO <sub>2.9</sub> , Elektrizität zu leiten, wird durch Sauerstoffleerstellen verstärkt.
Kostenkontrolle	Kostenkontrolle	コスト control(コストせいぎよ)	2 리	Kostenkontrolle	Strategien zur Reduzierung der WO <sub>2.9</sub> -Produktionskosten (z. B. <60.000 Yuan/Tonne).
Kristalline Phase	Kristallphase	Kristallphase (けっしょうそう)	Koreanisch	Kristallphase	Die kristallographische Struktur von WO <sub>2.9</sub> ist zB monoklin (P2 <sub>1</sub> /n).
Datengesteuert	Datengesteuert	データ駆動(データくどう)	데이터 주도	Datengetrieben	Optimierung von WO <sub>2.9</sub> -Prozessen durch Datenanalyse oder maschinelles Lernen.
Dispersion	Dispersion	Dispersionsflüssigkeit	2	Dispersion	Flüssige Suspension von WO <sub>2.9</sub> -Nanopartikeln zum Beschichten oder Bedrucken.
DLS	DLS	DLS (Diellen)	DLS	DLS	Dynamische Lichtstreuung für die WO <sub>2.9</sub> -Partikelgrößenverteilung.
Doping	Doping	ドーピング(ドーピング)	도핑	Punkt	Hinzufügen von Elementen (z. B. Mo) zu WO <sub>2.9</sub> zur Verbesserung der Stabilität oder Leitfähigkeit.

**COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**

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

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



chinesisch	Englisch	japanisch	Koreanisch	Deutsch	Englische Definition
Elektrochrom	Elektrochromie	電気変色(でんきへんしよく)	2	Elektrochromie	Farbänderung von WO <sub>2.9</sub> unter elektrischem Feld, wird in intelligenten Fenstern verwendet.
Energiespeicherung	Energiespeicherung	エネルギー蔵(エネルギーちよぞう)	2.2	Energiemanagement	Aufgrund der hohen Kapazität wird WO <sub>2.9</sub> in Batterien/Superkondensatoren verwendet.
Fehlerbehebung	Fehlerbehebung	Fehlerbehebung	고장 해결	Fehlersuche	Identifizieren und Beheben von Problemen bei der WO <sub>2.9</sub> -Produktion (z. B. Agglomeration).
Gefriertrocknung	Gefriertrocknung	gefriertrocknung (とうけつかんそう)	동결 건조	Geographie	Trocknen von WO <sub>2.9</sub> durch Gefrieren und Sublimation von Wasser unter Vakuum.
Gassensor	Gassensor	가스센서(가스센서)	Koreanisch 센서	Gassensor	WO <sub>2.9</sub> -basiertes Gerät zur Erkennung von Gasen (z. B. NO <sub>2</sub> ) über Widerstandsänderung.
Granulat	Granulat	Granulatmaterial	수료	Granulatmaterial	Aggregierte WO <sub>2.9</sub> -Partikel (0,1-1 mm) für Keramik oder Katalysatoren.
Grüne Produktion	Grüne Produktion	Produktion von グリーングリーンせいさん	2 생산	Grüne Produkte	Umweltfreundliche WO <sub>2.9</sub> -Synthese zur Minimierung von Abfall und Energieverbrauch.
Hochreines Wolframoxid	Nano-Hochreines Wolframoxid	Nano-Hochreine, angesäuerte Säure	고순도 나노 Der	Hochreines Nano-Wolframoxid	Wolframoxid mit einer Reinheit von >99,9 % und einer Größe von <100 nm für fortgeschrittene Anwendungen.
Hydrothermale Methode	Hydrothermale Methode	Hydrothermale Methode	Der	Hydrothermale Produkte	Synthese in Hochdruckwasser bei 100–300 °C zur Bildung von WO <sub>2.9</sub> -Nanopartikeln.
ICP-MS	ICP-MS	ICP-MS (Standard)	ICP-MS	ICP-MS	Massenspektrometrie zur WO <sub>2.9</sub> -Reinheitsanalyse (z. B. Fe <10 ppm).
Verunreinigungen	Verunreinigung	Unreine Dinge	2	Überprüfung	Unerwünschte Elemente (z. B. Fe, Na) in WO <sub>2.9</sub> , die die Leistung beeinträchtigen.
Industrialisierung	Industrialisierung	Industrialisierung	2	Industrialisierung	Skalierung der WO <sub>2.9</sub> -Produktion für die kommerzielle Nutzung (z. B. ...)

**COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**

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

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

chinesisch	Englisch	japanisch	Koreanisch	Deutsch	Englische Definition
					B. > 1000 t/Jahr).
Intelligent	Intelligenz	Intellectualisierung	2	Intelligenz	Einsatz von KI oder Automatisierung in der WO <sub>2.9</sub> -Produktion für mehr Effizienz.
Ionenaustausch	Ionenaustausch	イオン-Austausch (イオンこうかん)	이온 교환	Ionenaustausch	Entfernen ionischer Verunreinigungen (z. B. Na <sup>+</sup> ) aus WO <sub>2.9</sub> -Vorläufern.
Eisen (Fe)	Eisen (Fe)	Eisen	Fe	Eisen (Fe)	Häufige Verunreinigung in WO <sub>2.9</sub> , entfernbar durch Säurewäsche oder magnetische Trennung.
Ökobilanz	Ökobilanz	Mehr Kommentar	생애 2 평가	Studieren im Ausland	Bewertung der Umweltauswirkungen von WO <sub>2.9</sub> von der Produktion bis zur Entsorgung.
Magnetische Trennung	Magnetische Trennung	Magnetische Trennung	자기 분리	Magnetismus	Verwendung von Magnetfeldern zum Entfernen von Fe-Verunreinigungen aus WO <sub>2.9</sub> .
Mikrofluidik	Mikrofluidik	마이크로플루이드릭스 (마이크로플루이드릭스)	Das Schönste	Mikrofluidik	Präzise Steuerung der WO <sub>2.9</sub> -Synthese durch mikroskalige Flüssigkeitskanäle.
Mikrowellenunterstützt	Mikrowellenhilfe	마이크로 Wave-Unterstützung (마이크로해시엔)	Das Schönste 보조	Forschung und Entwicklung	Verwendung von Mikrowellen zur Steigerung der Effizienz der WO <sub>2.9</sub> -Synthese (z. B. < 30 Min.).
Morphologie	Morphologie	Bilden	형태	Morphologie	Form und Struktur von WO <sub>2.9</sub> -Partikeln (z. B. kugelförmig, stäbchenförmig).
Nanopartikel	Nanopartikel	Nano-Partikel (나노리ゅう시)	나노입자	Nanopartikel	Partikel 1–100 nm, der Schlüssel zur großen Oberfläche und Reaktivität von WO <sub>2.9</sub> .
Nanostäbe	Nanostab	나노로드 (나노로드)	나노막대	Nanostab	Stabförmiges WO <sub>2.9</sub> , 20-50 nm breit, 200-500 nm lang, für verbesserte Eigenschaften.
Online-Erkennung	Online-Erkennung	온라인 검출 (온라인けんしゅつ)	2 검출	Online -Erkennung	Echtzeitüberwachung der WO <sub>2.9</sub> -Qualität (z. B. Partikelgröße, Reinheit).
Optische Materialien	Optisches Material	Optische Materialien	광학 료	Optimiert das Material	WO <sub>2.9</sub> in Linsen/Filtern aufgrund des hohen Brechungsindex (n ≈

**COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**

chinesisch	Englisch	japanisch	Koreanisch	Deutsch	Englische Definition
					2,0).
Sauerstoffmangel	Sauerstoffleerstelle	Säuremangel (さんそけっかん)	산소 결함	Sauerstoffvakanz	Fehlende Sauerstoffatome im WO <sub>2,9</sub> -Gitter, wodurch die elektronischen Eigenschaften verbessert werden.
Partikelgrößenverteilung	Partikelgrößenverteilung	Partikelgrößenverteilung	2 분포	Teilzündung	Bereich der WO <sub>2,9</sub> -Partikelgrößen (z. B. D90/D10), entscheidend für die Gleichmäßigkeit.
pH-Wert	pH-Wert	pH-Wert	pH-Wert	pH-Wert	Säuregrad/Alkalinität des WO <sub>2,9</sub> -Synthesemediums, 4-7 zur Kontrolle.
Pigment	Pigment	Pigmente	료	Pigment	WO <sub>2,9</sub> ist der blaue Farbstoff für Beschichtungen oder Keramiken, stabil bis 500°C.
Plasma	Plasma	Plazma (Plasma)	플라즈마	Plasma	Hochenergetischer Gaszustand für die WO <sub>2,9</sub> -Synthese oder Oberflächenbehandlung.
Photokatalyse	Photokatalyse	Photokatalysator (ひかりしょくばい)	광촉매	Photokatalyse	Die Fähigkeit von WO <sub>2,9</sub> , Reaktionen unter Lichteinwirkung zu katalysieren, z. B. die Wasserspaltung.
Vorläufer	Vorläufer	Frontantrieb	2	Wie man es benutzt	Ausgangsmaterial (zB Na <sub>2</sub> WO <sub>4</sub> ) für die WO <sub>2,9</sub> -Synthese.
Produktionslinie	Produktionslinie	Produktion von 라인 (せいさん라인)	생산 라인	Produktionslinie	Automatisiertes System zur kontinuierlichen WO <sub>2,9</sub> -Herstellung.
Reinheit	Reinheit	Reinheit	도	Reinheit	Maß für die Freiheit von WO <sub>2,9</sub> von Verunreinigungen, typischerweise >99,9 %.
Pyrolyse	Pyrolyse	Thermische Zersetzung	2	Pyrolyse	Thermische Zersetzung zum Recycling von WO <sub>2,9</sub> aus Abfallstoffen.
Qualitätskontrolle	Qualitätskontrolle	Qualitätskontrolle	품질 리	Qualitätskontrolle	Sicherstellen, dass WO <sub>2,9</sub> die Spezifikationen erfüllt (z. B. Reinheit > 99,9 %, Größe < 100 nm).
Quantengeräte	Quantengerät	Quantum 리ょうし데 바이스	2 소자	Quantengerät	WO <sub>2,9</sub> in der Quantentechnologie (z. B. Qubits) aufgrund seiner

**COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**

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

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

chinesisch	Englisch	japanisch	Koreanisch	Deutsch	Englische Definition
					elektronischen Eigenschaften.
Reaktor	Reaktor	Reaktionen	2	Reaktor	Gefäß ( z . B. PTFE-ausgekleidet) für die WO <sub>2.9</sub> -Synthese unter kontrollierten Bedingungen.
Recycling	Recycling	リサイクル(リサイクルル)	2	Recycling	Wiederverwendung von WO <sub>2.9</sub> -Abfällen oder Nebenprodukten zur Verbesserung der Nachhaltigkeit.
Feuerfeste Materialien	Feuerfestes Material	Feuerfeste Materialien (たいかざいりょう)	내화 료	Feuerfestmaterial	Aufgrund der thermischen Stabilität wird WO <sub>2.9</sub> in Hochtemperaturumgebungen verwendet.
Reduktion	Reduktion	Zurück zum Original	환원	Reduktion	Umwandlung von WO <sub>3</sub> in WO <sub>2.9</sub> unter Verwendung von H <sub>2</sub> , Schlüssel zur Bildung von Sauerstoffleerstellen.
Rolle zu Rolle	Rolle-zu-Rolle	ロールツーロール(ロールツーロール)	롤투롤	Rolle -zu -Rolle	Kontinuierliche Beschichtung von WO <sub>2.9</sub> auf flexiblen Substraten ( z . B. PET).
Praktikum	Praktikum	実 験 実 験 実 験 (じっせんトレーニング)	실습 훈련	Praxisschulung	Praktische Schulung zur WO <sub>2.9</sub> -Synthese und Anwendungstechniken.
Sedimentationsrate	Sedimentationsrate	Sedimentationsrate	2	Sedimentationsrate	Rate der Ablagerung von WO <sub>2.9</sub> -Partikeln in der Dispersion, <5 % für Stabilität.
Rasterelektronenmikroskop (SEM)	Rasterelektronenmikroskop (SEM)	SEM (Serie Em)	Rasterelektronenmikroskop (SEM)	Rasterelektronenmikroskop (SEM)	Elektronenmikroskopie zur Beobachtung der WO <sub>2.9</sub> -Morphologie.
Intelligente Fertigung	Intelligente Fertigung	Hergestellt von スマートせいぞう	스마트 2	Intelligente Leistung	Integration von IoT und KI in die WO <sub>2.9</sub> -Produktion für Präzision und Effizienz.
Schleuderbeschichtung	Schleuderbeschichtung	スピンコーティング (スピンコーティング)	스핀 코팅	Spin -Beschichtung	Beschichten von Substraten mit WO <sub>2.9</sub> durch Schleudern bei hoher Geschwindigkeit ( z . B. 3000 U/min).
Spezifische Oberfläche	Spezifische Oberfläche	Spezifische Oberfläche (ひひょうめんせき)	2	Verbringen Sie den Tag	Oberfläche pro Masseneinheit von WO <sub>2.9</sub> , typischerweise >30 m <sup>2</sup> /g für Nanopartikel.

**COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**

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

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

chinesisch	Englisch	japanisch	Koreanisch	Deutsch	Englische Definition
Spezifische Kapazität	Spezifische Kapazität	Spezifische Kapazität	2	Verbringen Sie den Tag mit Kapazität	Ladungsspeicherkapazität von WO <sub>2.9</sub> , 500-800 F/g in Superkondensatoren.
Sprühen	Sprühbeschichtung	스プレー코팅 (스プレー코팅 (스프레이 코팅))	스프레이 코팅	Sprühbeschichtung	Auftragen der WO <sub>2.9</sub> -Dispersion mittels Sprühverfahren für großflächige Filme.
Sprühtrocknung	Sprühtrocknung	Sprühtrocknung	분무 건조	Sprühtrocknung	Umwandlung der WO <sub>2.9</sub> -Dispersion in trockenes Granulat durch Zerstäubung und Trocknung.
Stabilität	Stabilität	Stabilität	2	Stabilität	Widerstandsfähigkeit von WO <sub>2.9</sub> gegenüber Umwelteinflüssen (z. B. Hitze, Feuchtigkeit).
Nachhaltigkeit	Nachhaltigkeit	Möglichkeit, das 続(じぞくかのうせい) zu halten	2 Koreanisch	Nachhaltigkeit	Langfristige Rentabilität der WO <sub>2.9</sub> -Produktion mit geringer Umweltbelastung.
Oberflächenmodifizierung	Oberflächenmodifizierung	Oberflächenmodifikation (ひょうめんしゅうしょく)	표면 Koreanisch	Oberflächenmodifikation	Veränderung der WO <sub>2.9</sub> -Oberfläche (z. B. mit PVP), um die Dispersionsstabilität zu verbessern.
TEM	TEM	TEM (TEM)	TEM	TEM	Transmissionsmikroskopie zur Bestimmung der Größe und Form von WO <sub>2.9</sub> -Nanopartikeln.
Hitzeschild	Thermische Abschirmung	Hitzeschild	히트 단	Wärmeschutz	Infrarotblockierung von WO <sub>2.9</sub> , angewendet in Energiesparglas.
Film	Dünnschicht	Film (Hakumaku)	박막	Dünnschicht	WO <sub>2.9</sub> -Schicht (50-500 nm) auf einem Substrat, verwendet in optischen/elektronischen Geräten.
Transmission	Transmission	Transmission	투과율	Übertragung	Prozentsatz des Lichts, das durch WO <sub>2.9</sub> -Filme hindurchgeht, Schlüssel für optische Anwendungen.
Ultrahohe Reinheit	Ultrahohe Reinheit	Ultrahohe Reinheit (초우조급순도)	2	Ultrahochrein	Reinheit >99,999 %, entscheidend für Halbleiter- und Quantenanwendungen.
Ultraschalldispersion	Ultraschalldispersion	Ultraschalldispersion	2. 2	Ultraschalldispersion	Verwendung von Ultraschallwellen zum Aufbrechen von WO <sub>2.9</sub> -

**COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**

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

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

chinesisch	Englisch	japanisch	Koreanisch	Deutsch	Englische Definition
					Aggregaten in Flüssigkeiten.
Gleichmäßigkeit	Gleichmäßigkeit	Gleichmäßigkeit	균일성	Gleichmäßigkeit	Konsistenz der WO <sub>2.9</sub> -Partikelgröße oder Beschichtungsdicke ( z . B. ±5 nm).
Aufdampfung	Aufdampfen	Die Phase dampft (키소우じょうちゃく)	2	Dampfabcheidung	Abscheidung von WO <sub>2.9</sub> aus der Dampfphase, häufig für dünne Filme oder hochreine Formen.
Viskosität	Viskosität	Viskosität	도	Viskosität	Fließwiderstand der WO <sub>2.9</sub> -Dispersion, 10-50 cP für die Beschichtung.
Abwasserbehandlung	Abwasserbehandlung	Aufbereitung von aufgegebenem Wasser	폐수 2	Saugfähige Handhabung	Behandlung von WO <sub>2.9</sub> -Syntheseabwasser ( z . B. COD <50 mg/l).
Beizen	Säurewäsche	Beizen	산 세척	Säurewäsche	Reinigen von WO <sub>2.9</sub> mit Säure ( z . B. HNO <sub>3</sub> ), um Verunreinigungen wie Fe zu entfernen.
XPS	XPS	XPS (Standard)	XPS	XPS	Photoelektronenspektroskopie für die WO <sub>2.9</sub> -Oberflächenzusammensetzung (W <sup>5+</sup> /W <sup>6+</sup> ).
XRD	XRD	XRD	XRD	XRD	Röntgenbeugung zur Identifizierung der WO <sub>2.9</sub> -Kristallphase.
Ertrag	Ertrag	Rendite	2	Ausbeute	Prozentsatz an WO <sub>2.9</sub> , der aus Rohstoffen gewonnen wird, typischerweise >90 %.
Zetapotenzial	Zetapotenzial	ゼータ potential(ゼータ でんい)	제타 2	Zeta- Potenzial	Oberflächenladung von WO <sub>2.9</sub> in Dispersion, >30 mV für Stabilität.

**COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**

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

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



## Anhang B: Versuchsplan zur Herstellung von hochreinem Nano-Wolframoxid

Laborverfahren (5 g Maßstab, Rohrofen)

Industrieller Prozess (100 kg/Charge, Drehrohrofen)

### B.1 Verfahren im Labormaßstab (5 g-Maßstab, Rohrofen)

#### B.1.1 Versuchsziele

- Reines Nano-Wolframoxid ( $\text{WO}_{2.9}$ ) wurde unter Laborbedingungen mit einer Reinheit von  $>99,9\%$  und einer Partikelgröße von 30–50 nm für die photokatalytische oder elektrochrome Forschung hergestellt. Das Verfahren nutzt ein hydrothermales Verfahren zur Herstellung des Vorläufers und eine Rohrofenreduktion zur Erzeugung von  $\text{WO}_{2.9}$ .

#### B.1.2 Benötigte Materialien und Ausrüstung

Material:

Natriumwolframat ( $\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , 99,99 %, 5,5 g)

Salzsäure (HCl, 37 %, Analysequalität, ca. 10 ml)

Harnstoff ( $\text{CO}(\text{NH}_2)_2$ , 99,5 %, 0,6 g)

Deionisiertes Wasser (spezifischer Widerstand  $>18 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ , 200 ml)

Ethanol (99,5 %, 50 ml)

Wasserstoff/Argon-Mischgas ( $\text{H}_2 / \text{Ar}$ , 5:95, 99,999 %, Flussrate 50 mL/min)

Ausrüstung:

Hochdruckreaktor (100 ml, PTFE-ausgekleidet)

Magnetrührer (500 U/min, mit Heizfunktion)

Zentrifuge (8000 U/min)

Rohrofen (max. Temperatur  $1000^\circ\text{C}$ , Quarzrohrdurchmesser 50 mm)

Ultraschall-Reinigungsgerät (500 W, 40 kHz)

Vakuumofen (maximale Temperatur  $200^\circ\text{C}$ )

pH-Meter (Genauigkeit  $\pm 0,01$ )

Präzisionswaage (Genauigkeit 0,001 g)

#### B.1.3 Bedienschritte

Vorläufersynthese

$\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  abwägen, in 50 ml deionisiertem Wasser lösen und rühren (500 U/min, 10 min), bis die Lösung klar wird.

Geben Sie 0,6 g Harnstoff hinzu und rühren Sie (300 U/min, 5 Min), um eine gleichmäßige Verteilung zu erreichen.

Geben Sie langsam tropfenweise HCl hinzu (etwa 5–10 ml), um den pH-Wert auf 5,0 ( $\pm 0,1$ )

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT



einzustellen, und beobachten Sie die Bildung eines weißen Niederschlags.

Die Mischung wurde in einen 100-ml-Autoklaven überführt, verschlossen und zur Reaktion 12 Stunden lang bei 180 °C in einen Ofen gestellt (Heizrate 5 °C/min).

Nach natürlichem Abkühlen auf Raumtemperatur wurde der Reaktor geöffnet, um eine gelbe  $\text{WO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ -Vorläufersuspension zu erhalten.

Waschen und Trocknen

Die Suspension wurde in ein Zentrifugenröhrchen gegossen, 15 Minuten lang bei 8000 U/min zentrifugiert und der Überstand entfernt.

Der Niederschlag wurde in 50 ml deionisiertem Wasser resuspendiert, mittels Ultraschall (500 W, 10 min) dispergiert und erneut zentrifugiert; dieser Vorgang wurde dreimal wiederholt.

Einmal mit 50 ml Ethanol waschen, zentrifugieren und 6 Stunden lang in einem Vakuumofen bei 80 °C trocknen, um  $\text{WO}_3$ -Pulver zu erhalten.

Reduktionsherstellung von  $\text{WO}_{2.9}$

Wiegen Sie 5 g  $\text{WO}_3$ -Pulver ab, geben Sie es in ein Quarzschiffchen und stellen Sie es in die Mitte des Röhrenofens.

$\text{H}_2$  / Ar (5:95, 50 ml/min) wurde eingeführt und nach dem Evakuieren der Luft wurde die Temperatur mit 5 °C/min auf 400 °C erhöht.

Bei konstanter Temperatur 2 Stunden reduzieren, auf Raumtemperatur abkühlen lassen (Gas strömen lassen) und das blaue  $\text{WO}_{2.9}$ -Pulver herausnehmen.

Die Probenoberfläche wurde mit deionisiertem Wasser gespült, 2 Stunden bei 80 °C getrocknet und in einem verschlossenen Behälter ( $\text{N}_2$ -Schutz) aufbewahrt.

#### B.1.4 Parameteroptimierung

pH: 4,8-5,2 ist optimal, <4,5 erzeugt  $\text{WO}_3$ , >5,5 Rest-Na (>50 ppm).

Hydrothermale Temperatur: 170–190 °C, <170 °C sind die Partikel grob (>100 nm), >190 °C überschreitet der Gerätedruck den Grenzwert (>2,5 MPa).

Reduktionstemperatur: 380-420°C, <380°C unzureichende Defekte ( $\text{W}^{5+}$  <10%), >420°C Überreduktion zu  $\text{WO}_2$ .

$\text{H}_2$ -Flussrate: 40–60 ml/min, <40 ml/min bedeutet unvollständige Reduktion, >60 ml/min bedeutet Gasverlust.

#### B.1.5 Erwartete Ergebnisse

Ausbeute: ca. 4,5–4,8 g (Ausbeute 90–96 %).

Reinheit: >99,9 % (ICP-MS, Fe <5 ppm, Na <10 ppm).

Partikelgröße: 30–50 nm (TEM), spezifische Oberfläche 35–40  $\text{m}^2/\text{g}$  (BET).

Leistung: Photokatalytische Wasserstoffproduktionsrate 450–500  $\mu\text{mol} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{h}^{-1}$  (300 W Xe-Lampe,  $\lambda$  >420 nm).

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

### B.1.6 Hinweise

Sicherheit:  $H_2$  ist ein brennbares Gas. Der Rohrofen muss mit einer Abgasbehandlung (Verbrennung oder Absorption) ausgestattet sein. Tragen Sie während des Betriebs eine Schutzbrille.

Ausrüstung: Überprüfung der Reaktordichtungen (um Leckagen zu vermeiden), Reinigung des Quarzschiffchens (um Verunreinigungen zu vermeiden).

Proben: Nach der Reduktion sofort verschließen und vor Licht und Feuchtigkeit geschützt (relative Luftfeuchtigkeit < 50 %) lagern.

### B.1.7 Fehlerbehebung

Die Partikelgröße ist zu groß (>100 nm): pH-Wert prüfen (auf 5,0 einstellen) und Ultraschallzeit verlängern (15 Min.).

Geringe Reinheit ( $Fe > 10$  ppm): Erhöhen Sie die Anzahl der Waschvorgänge (5-mal), verwenden Sie PTFE-Gefäße.

Gelbliche Farbe (nicht vollständig reduziert): Erhöhen Sie die Reduktionstemperatur (410 °C) oder -zeit (2,5 h).

## B.2 Verfahren im industriellen Maßstab (100 kg/Charge, Drehrohrofen)

### B.2.1 Versuchsziele

100 kg hochreines Nano-Wolframoxid ( $WO_{2.9}$ ) mit einer Reinheit von >99,9 % und einer Partikelgröße von 50–100 nm werden unter industriellen Bedingungen für den Einsatz als Photokatalysatoren oder Hitzeschutzbeschichtungen hergestellt. Das Verfahren nutzt nasschemische Verfahren zur Herstellung von Vorläufern und Drehrohrofenreduktion zur Erzielung einer großtechnischen Produktion.

### B.2.2 Benötigte Materialien und Ausrüstung

Material:

Wolframsäure ( $H_2WO_4$ , 99,5 %, 120 kg)

Ammoniakwasser ( $NH_3 \cdot H_2O$ , 25 %, ca. 50 L)

Deionisiertes Wasser (spezifischer Widerstand > 10  $M\Omega \cdot cm$ , 500 l)

Wasserstoff ( $H_2$ , 99,99 %, Durchflussrate 50 l/min)

Stickstoff ( $N_2$ , 99,99 %, zum Schutz)

Ausrüstung:

Industriereaktor (500 L, mit Rühr- und Heizfunktion, PTFE-Auskleidung)

Zentrifuge (Industriequalität, 5000 U/min, Verarbeitungskapazität 50 l/min)

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Sprühtrockner (Zuluft 200°C, Abluft 90°C, Verarbeitungsleistung 10 kg/h)  
Drehrohrofen (Länge 10 m, Durchmesser 1 m, Maximaltemperatur 1000°C)  
Online-Partikelgrößenmonitor (Laserstreuung, Genauigkeit ±5 nm)  
pH-Online-Monitor (Genauigkeit ±0,1)  
Präzisions-Dosierpumpe (Förderleistung 0-100 L/h)  
Abgasbehandlungssystem (Absorptionsturm, Behandlung von H<sub>2</sub> und NH<sub>3</sub>)

### B.2.3 Bedienschritte

#### Vorläufersynthese

120 kg H<sub>2</sub>WO<sub>4</sub> in 400 l deionisiertes Wasser geben, umrühren (200 U/min) und langsam tropfenweise Ammoniakwasser (ca. 50 l) bis zu einem pH-Wert von 7,5 (±0,2) hinzufügen.  
In einem 500-l-Reaktor auf 150 °C erhitzen (Druck 2 MPa) und 24 h reagieren lassen, um eine WO<sub>3</sub> · H<sub>2</sub>O-Suspension zu erzeugen.  
Auf 50 °C abkühlen lassen, gut umrühren und für die anschließende Trennung vorbereiten.

#### Waschen und Trocknen

Die Suspension wurde mit einer Industriezentrifuge (5000 U/min, 30 Min./Charge) getrennt, wobei pro Charge 50 L verarbeitet wurden, und der Überstand wurde entfernt.  
Der Niederschlag wurde in 200 l deionisiertem Wasser resuspendiert, gerührt (100 U/min, 15 Min.) und erneut zentrifugiert und dieser Vorgang zweimal wiederholt.  
Der Niederschlag wurde in einen Sprühtrockner mit einer Eingangstemperatur von 200 °C und einer Ausgangstemperatur von 90 °C überführt und auf einen Feuchtigkeitsgehalt von <0,2 % getrocknet, um WO<sub>3</sub>-Pulver (etwa 110 kg) zu erhalten.

#### Reduktionsherstellung von WO<sub>2,9</sub>

110 kg WO<sub>3</sub>-Pulver wurden chargenweise (jeweils 20 kg) in den Silo des Drehrohrofens bei einer Ofengeschwindigkeit von 5 U/min gegeben.  
H<sub>2</sub> (50 l/min) wurde eingeleitet, die Temperatur mit 5 °C/min auf 700 °C erhöht und die Reduktion 4 Stunden lang bei konstanter Temperatur durchgeführt.  
Auf Raumtemperatur abkühlen lassen (N<sub>2</sub>-Schutz, Durchflussrate 20 l/min) und das blaue WO<sub>2,9</sub>-Pulver sammeln.  
Sieben (200 Maschen, entfernt Partikel >75 µm) und mit N<sub>2</sub> packen (25 kg pro Packung).

### B.2.4 Parameteroptimierung

pH: 7,3–7,7, <7,0 unvollständige Auflösung, >8,0 Rest-NH<sub>4</sub><sup>+</sup> (>100 ppm).  
Reaktionstemperatur: 140–160 °C, <140 °C ist der Vorläufer grob (>200 nm), >160 °C erhöht sich der Energieverbrauch um 20 %.  
Reduktionstemperatur: 650–750 °C, <650 °C unzureichende Defekte (W<sup>5+</sup> <15 %), >750 °C Partikelagglomeration (>150 nm).

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

H<sub>2</sub>-Flussrate: 40–60 l/min, <40 l/min verlängert die Erholungszeit (>5 h), >60 l/min erhöht die Kosten um 15 %.

### B.2.5 Erwartete Ergebnisse

Ertrag: ca. 95–98 kg (Ausbeute 95–98 %).

Reinheit: >99,9 % (ICP-MS, Fe <10 ppm, Na <20 ppm).

Partikelgröße: 50–100 nm (TEM), spezifische Oberfläche 25–30 m<sup>2</sup>/g (BET).

Chargenkonsistenz: >95% (10 Chargen getestet, Partikelgrößenabweichung ±10 nm).

Leistung: Photokatalytische Wasserstoffproduktionsrate 400-450 μmol·g<sup>-1</sup>·h<sup>-1</sup>,  
Wärmeabschirmungsrate >90 % (NIR).

### B.2.6 Hinweise

Sicherheit: H<sub>2</sub> und NH<sub>3</sub> sind gefährliche Gase und mit Leckagealarmen ausgestattet (Konzentration <4 %), das Abgas wird in einem Absorptionsturm behandelt (NH<sub>3</sub> < 1 ppm).

Ausrüstung: Überprüfen Sie regelmäßig die Dichtung des Reaktors, reinigen Sie den Drehrohfen (einmal im Monat) und verhindern Sie, dass die Sprühtrocknerdüse verstopft (wöchentliche Reinigung).

Umwelt: Der pH-Wert des Abwassers wird auf 7–8 eingestellt (NaOH-Neutralisation) und die W-Rückgewinnungsrate liegt bei >90 % (Extraktionsmethode).

### B.2.7 Fehlerbehebung

Ungleichmäßige Partikelgröße (D<sub>90</sub> >150 nm): Rührgeschwindigkeit prüfen (auf 250 U/min einstellen), Sprühtrocknung optimieren (Zuluft 220°C).

Geringe Reinheit (Fe > 20 ppm): Reinigen Sie den Reaktor (HNO<sub>3</sub>, 1 M) und erhöhen Sie die Anzahl der Zentrifugationen (3-mal).

Geringe Ausbeute (<90%): Verlängern Sie die Reduktionszeit (4,5 h), überprüfen Sie die H<sub>2</sub>-Reinheit (>99,99%).

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT



## Anhang C: Liste der Patente im Zusammenhang mit hochreinem Nano-Wolframoxid

### C.1 CN101311367B (China)

Titel: Wolframoxid-Nanomaterial und Verfahren zu seiner Herstellung

Zusammenfassung: Die vorliegende Erfindung offenbart ein Wolframoxid-Nanodrahtmaterial mit einem Durchmesser von 10–80 nm und einer Länge von 200 nm bis 5  $\mu\text{m}$ . Auf der Oberfläche von AAO bildet sich eine gänseblümchenförmige Struktur und Wolfram hat eine Valenz von +6. Aus dem Triblockcopolymer P123,  $\text{WCl}_6$  und hochreinem wasserfreiem Ethanol im Gewichtsverhältnis (0,4–0,55):(0,8–1,2):(7–14) wird ein Sol hergestellt und bei einem Druck von –0,08 bis –0,2 MPa in die Poren der AAO-Vorlage gefüllt. Nach dem Spülen und Trocknen wird das Sol 4–6 Stunden lang bei 450–550 °C in einer hochreinen Argonatmosphäre (0,3–0,4  $\text{dm}^3/\text{min}$ ) gesintert, um hochreine Wolframoxid-Nanodrähte (Reinheit > 99,9 %) zu erhalten. Der Prozess ist einfach, die Parameter sind leicht zu kontrollieren, der Energieverbrauch ist gering, das Produkt hat eine große spezifische Oberfläche und ist für die industrielle Produktion geeignet.

### C.2 CN102603007A (China)

Titel: Herstellungsverfahren für Wolframoxid- Nanopulver und Wolframmetall -Nanopulver

Zusammenfassung: Die vorliegende Erfindung beschreibt ein Verfahren zur Fällungsreaktion mit Wolframat, Säurelösung und Wasser als Ausgangsstoffe unter Einwirkung des Induktors Thioacetamid. Der Niederschlag wird

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

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

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

in einer nicht reduzierenden Atmosphäre getrocknet oder kalziniert, um Wolframoxid- Nanopulver mit einer durchschnittlichen Partikelgröße von ca. 80 nm (Reinheit > 99,5 %) zu erhalten. In einer reduzierenden Atmosphäre kalziniert, um Wolfram- Nanopulver mit einer Partikelgröße von ca. 40 nm zu erhalten. Das Verfahren ist einfach, die Reaktion schnell, die Kosten niedrig, das Verfahren für die Großserienproduktion geeignet, die Korngröße kann durch den Induktor gesteuert werden und die Produktreinheit ist hoch.

#### C.3 US20140014875A1 (Vereinigte Staaten)

Titel: Herstellungsverfahren für industrielles violettes nanonadelförmiges Wolframoxid

Zusammenfassung: Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur industriellen Herstellung von violetter, nanonadelförmigem Wolframoxid ( $WO_{2.72}$ ). Wolframsäure oder Ammoniumparawolframat wird als Ausgangsmaterial verwendet und durch einen kontrollierten Entladeprozess unter Ammoniakatmosphäre hergestellt. Das Produkt ist eine nadelförmige Struktur mit einer Länge von 50–200 nm, einem Durchmesser von 10–30 nm und einer Reinheit von >99,5 %. Durch Optimierung der Reduktionsbedingungen und des Ammoniakflusses wird die stabile Produktion hochreiner Nanostrukturen erreicht, die für die Bereiche Hartmetall und Katalysatoren geeignet sind. Das Verfahren ist skalierbar.

#### C.4 CN103265081B (China)

Titel: Verfahren zur Herstellung von Wolframoxid-Nano-Einkristallen mittels Sol-Gel-Verfahren

Zusammenfassung: Die vorliegende Erfindung beschreibt ein Verfahren zur Herstellung von Wolframoxid-Nano-Einkristallen mittels Sol -Gel-Verfahren. Eine Polymerlösung wird mit einer Ammoniummetawolframatlösung vermischt, bei 500–900 °C gehalten und anschließend im Ofen abgekühlt, um gelbes  $WO_3$ -Nano-Einkristallpulver zu erhalten. Das Produkt hat eine Länge von 200–500 nm, einen Durchmesser von 10–30 nm, eine Reinheit von >99,9 % und einen gleichmäßigen und stabilen Einkristallstab, der sich zur Herstellung hochwertiger eindimensionaler  $WO_3$ -Verbundwerkstoffe eignet. Das Verfahren ist einfach anzuwenden und kostengünstig.

#### C.5 CN109650741A (China)

Titel: Ein elektrochromes Wolframtrioxid-Nanoschalenmaterial und seine Herstellungsmethode

Zusammenfassung: Die vorliegende Erfindung beschreibt ein elektrochromes  $WO_3$ - Nanobowl- Material mit hierarchischer poröser Struktur und ein Herstellungsverfahren. Leitfähiges FTO-Glas dient als Substrat. Die Oberfläche ist mit einer unteren Schicht aus kristalliner Wolframsäure und einer äußeren Schicht aus amorpher Wolframsäure beschichtet, die 2–5 nm große Kristallkeime enthält. Der Durchmesser der Nanobowl beträgt ca. 460 nm. Die Herstellung erfolgt mittels Pulsabscheidung und Sputtern mit einer Reinheit von >99,9 %. Die Kombination aus kristallinen und amorphen Strukturen verbessert die elektrochrome Leistung und eignet sich für Displays und Smart Windows.

#### C.6 US8951429B1 (Vereinigte Staaten)

Titel: Wolframoxidverarbeitung

Zusammenfassung: Diese Erfindung beschreibt ein Verfahren zum selektiven Ätzen von Wolframoxid mit hoher Selektivität gegenüber Wolfram, Siliziumoxid usw. Ein fluorhaltiger Vorläufer wird zusammen mit Ammoniak verwendet, um in einem entfernten Plasma einen Ausfluss zu erzeugen, der mit Wolframoxid reagiert. Das Verfahren entfernt schnell die stark oxidierte Oberflächenschicht und ätzt selektiv das schwach oxidierte  $WO_3$ . Die Ätzselektivität wird durch ein Ionenunterdrückungselement erreicht. Das Produkt ist von hoher Reinheit

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

(Verunreinigungen < 0,01 %) und eignet sich für die Herstellung integrierter Schaltkreise.

C.7 CN101707134A (China)

Titel: Herstellungsverfahren für hochtemperaturbeständiges, superparamagnetisches, mit Zinndioxid beschichtetes Eisenoxid-Nanomaterial

Zusammenfassung: Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung superparamagnetischer Nanomaterialien, hauptsächlich für zinndioxidbeschichtetes Eisenoxid, erwähnt aber auch die Eignung von Wolframoxid als Übergangsmaterial. Tetraphenyl- und Eisenoxid-Nanomaterialien werden im Verhältnis 4–20:1 gemischt, 2–48 Stunden bei 260–310 °C umgesetzt und anschließend zentrifugiert, gewaschen und getrocknet, um ein Pulver zu erhalten. Das Produkt weist Superparamagnetismus und eine hohe thermische Stabilität (bis 600 °C) auf, ist kostengünstig und für die Großproduktion geeignet.

C.8 CN103741224A (China)

Titel: Herstellungsverfahren für hochreine und hochdichte WS<sub>2</sub>-Blatt-Nanostrukturen

Zusammenfassung: Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung hochreiner und hochdichter WS<sub>2</sub>-Schicht-Nanostrukturen. Wolframoxid und Schwefelpulver werden als Verdampfungsquellen verwendet und in einem Schritt durch thermische Verdampfung in einem Vakuumröhrenofen synthetisiert. Das Produkt hat eine Dicke von 20–80 nm, einen Durchmesser von 100–300 nm, eine Reinheit von >99,9 % und eine einheitliche Größe. Die Verfahrensbedingungen sind kontrollierbar, die Ausrüstung einfach, die Ausbeute hoch, die Kosten niedrig und das Verfahren eignet sich für Photovoltaikzellenelektroden und -katalysatoren. Es kann als Referenz für die Herstellung von Wolframoxid-Nanostrukturen verwendet werden.

C.9 US3198752A (Vereinigte Staaten)

Titel: Verfahren zur Herstellung eines Wolframoxiddkatalysators und seines Produkts

Zusammenfassung: Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung eines Wolframoxid-Katalysators, der für die Reaktion von Olefinen mit Wasser zu Alkoholen geeignet ist. Wolframsäure wird als Ausgangsstoff verwendet und nach der Granulierung auf einen Wassergehalt von 0,2–3 Gew.-% dehydratisiert und bei 500–700 °C kalziniert, um thermische oder mechanische Schocks zu vermeiden. Das Produkt ist hochreines WO<sub>3</sub> (>99 %) mit stabilen Partikeln und großer spezifischer Oberfläche, das für die Katalysatorenindustrie geeignet ist. Dieses Verfahren kann für die Herstellung im Nanomaßstab optimiert werden.

C.10 EP3670453A2 (Europa)

Titel: Ultrahochreines Wolframchlorid

Zusammenfassung: Diese Erfindung beschreibt ein Verfahren zur Herstellung von ultrahochreinem Wolframhexachlorid (WCl<sub>6</sub>) und Wolframpentachlorid (WCl<sub>5</sub>) für die chemische Gasphasenabscheidung oder Atomlagenabscheidung. Das Produkt weist einen Eisen- und Molybdängehalt von <10 ppm (vorzugsweise <0,5 ppm) auf, und der Gesamtgehalt an Verunreinigungsmetallen beträgt <10 ppm. Durch Destillation und Sublimationsreinigung eignet es sich für den Bedarf der Elektronikindustrie an hochreinen Vorläufern und kann indirekt für die Synthese hochreiner Wolframoxid-Nanomaterialien verwendet werden.

C.11 JP2004238259A (Japan)

Titel: Verfahren zur Herstellung von Wolframoxid-Nanopartikeln

**COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**

Zusammenfassung: Die vorliegende Erfindung beschreibt ein Verfahren zur Herstellung von Wolframoxid-Nanopartikeln. Natriumwolframat wird als Ausgangsstoff verwendet, einer sauren Lösung wird ein Tensid zugesetzt und das Produkt durch eine hydrothermale Reaktion (150–200 °C, 12–24 Stunden) hergestellt. Das Produkt hat eine Partikelgröße von 20–50 nm, eine Reinheit von >99,8 % und eine einheitliche Morphologie. Die Partikelgröße kann durch Steuerung der Reaktionszeit und der Tensidkonzentration eingestellt werden. Das Verfahren ist einfach und eignet sich für die Herstellung von Photokatalysatoren und Sensormaterialien.

C.12 US10442012B2 (USA)

Titel: Abscheidungsverfahren für hochreine Nano-Wolframoxid-Dünnschichten

Zusammenfassung: Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung hochreiner Nano-Wolframoxid-Dünnschichten durch Atomlagenabscheidung (ALD). Mit  $WCl_6$  und  $H_2O$  als Ausgangsstoffe wird die Schicht bei 200–300 °C auf einem Siliziumsubstrat abgeschieden. Die Schichtdicke beträgt 10–50 nm und die Reinheit liegt bei >99,99 %. Durch präzise Steuerung von Zyklenzahl und Temperatur weist die Schicht eine ausgezeichnete Gleichmäßigkeit und einen geringen Verunreinigungsgehalt ( $Fe < 1$  ppm) auf und eignet sich daher für Halbleiter- und optische Bauelemente.

C.13 KR101773547B1 (Südkorea)

Titel: Wolframoxid-Nanodrähte und deren Herstellungsverfahren

Zusammenfassung: Die vorliegende Erfindung beschreibt ein Verfahren zur Herstellung von Wolframoxid-Nanodrähten. Wolframpulver dient als Ausgangsmaterial und wird durch thermische Oxidation (600–800 °C) und anschließende Wasserstoffreduktion (400–500 °C) hergestellt. Die Nanodrähte haben einen Durchmesser von 15–40 nm, eine Länge von 1–3  $\mu m$  und eine Reinheit von >99,9 %. Das Verfahren nutzt ein zweistufiges Oxidations-Reduktionsverfahren mit einfacher Ausrüstung und geringen Kosten. Das Produkt eignet sich für Gassensoren und elektrochrome Anwendungen.

C.14 EP2883839B1 (Europa)

Titel: Wolframoxid-Nanostrukturen für photokatalytische Anwendungen

Zusammenfassung: Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung von Wolframoxid-Nanostrukturen für die Photokatalyse. Ausgehend von Ammoniumparawolframat als Ausgangsmaterial wurden Nanostäbe mit einem Durchmesser von 20–30 nm, einer Länge von 100–300 nm und einer Reinheit von >99,5 % mittels Solvothermalverfahren (180 °C, 24 Stunden) synthetisiert. Das Produkt weist eine hohe spezifische Oberfläche ( $>40$   $m^2/g$ ) und eine ausgezeichnete photokatalytische Aktivität auf und eignet sich für die Wasserzersetzung und den organischen Abbau.

C.15 JP2015212218A (Japan)

Titel: Verfahren zur Herstellung von hochreinem Wolframoxid-Nanopulver

Zusammenfassung: Diese Erfindung beschreibt ein Verfahren zur Herstellung von hochreinem Wolframoxid-Nanopulver. Wolframsäure dient als Rohstoff und wird durch Sprühpyrolyse (500–700 °C) in Kombination mit Wasserstoffreduktion hergestellt. Das Produkt hat eine Partikelgröße von 30–60 nm, eine Reinheit von >99,95 % und Verunreinigungen ( $Fe, Na$ )  $< 5$  ppm. Das Verfahren ist effizient und für die kontinuierliche Produktion geeignet. Das Produkt eignet sich für Brennstoffzellenkatalysatoren und optische Materialien.

**COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**



C.16 US20200198984A1 (Vereinigte Staaten)

Titel: Grüne Synthesemethode für Wolframoxid-Nanopartikel

Zusammenfassung: Diese Erfindung bietet ein Verfahren zur umweltfreundlichen Synthese von Wolframoxid-Nanopartikeln. Pflanzenextrakt (Grüner Tee) und Natriumwolframat werden als Rohstoffe verwendet und durch Bioreduktion bei Raumtemperatur hergestellt. Die Partikelgröße beträgt 25–50 nm, die Reinheit >99,7 % und es entstehen keine toxischen Nebenprodukte. Das Verfahren ist umweltfreundlich und verbraucht wenig Energie. Das Produkt verfügt über hervorragende antibakterielle und photokatalytische Eigenschaften und eignet sich für den biomedizinischen und Umweltbereich.

C.17 KR102034712B1 (Südkorea)

Titel: Hochreine Wolframoxid- Nanodispersion zur Hitzeabschirmung

Zusammenfassung: Die vorliegende Erfindung betrifft ein Verfahren zur Herstellung einer hochreinen Wolframoxid-Nanodispersion für Wärmeschutzbeschichtungen.  $WO_3$ -Pulver wird als Rohstoff verwendet und durch Ultraschalldispersion und Oberflächenmodifizierung (PVP) hergestellt. Die Partikelgröße beträgt 40–80 nm, die Reinheit >99,9 % und die Infrarot-Blockierungsrate >90 %. Das Verfahren ist stabil, und die Dispersion eignet sich für energiesparende Glasbeschichtungen mit hoher Transparenz und Haltbarkeit.

C.18 EP3243794A1 (Europa)

Titel: Herstellungsverfahren für Wolframoxid-Nanokompositmaterial

Zusammenfassung: Die vorliegende Erfindung beschreibt ein Verfahren zur Herstellung eines Wolframoxid-Nanokompositmaterials. Das Kompositmaterial wird mittels Hydrothermalverfahren (200 °C, 18 Stunden) aus Wolframat und Kohlenstoffnanoröhren als Rohstoffen synthetisiert. Die  $WO_3$ -Partikelgröße beträgt 20–40 nm, die Reinheit >99,8 %. Das Kompositmaterial weist eine hohe Leitfähigkeit und photokatalytische Aktivität auf. Das Verfahren ist einfach und eignet sich zur Herstellung von Energiespeicher- und Sensormaterialien.

C.19 JP2020079159A (Japan)

Titel: Hochreine Wolframoxid-Nanofaser und ihr Herstellungsverfahren

Zusammenfassung: Die vorliegende Erfindung beschreibt ein Verfahren zur Herstellung hochreiner Wolframoxid-Nanofasern. Ammoniumwolframat wird als Rohstoff verwendet und durch Elektrospinnen und anschließende Kalzinierung (500–600 °C) hergestellt. Der Faserdurchmesser beträgt 50–100 nm, die Länge >10  $\mu\text{m}$  und die Reinheit >99,9 %. Der Prozess ist kontrollierbar, und das Produkt weist eine hohe spezifische Oberfläche (>50  $\text{m}^2/\text{g}$ ) auf, die sich für die Bereiche Gassensorik und Katalyse eignet.

C.20 US11306005B2 (Vereinigte Staaten)

Titel: Plasmasyntheseverfahren für hochreine Wolframoxid-Nanopartikel

Zusammenfassung: Diese Arbeit beschreibt ein Verfahren zur Herstellung hochreiner Wolframoxid-Nanopartikel durch plasmaunterstützte chemische Gasphasenabscheidung (PECVD).  $WCl_6$  und  $O_2$  werden als Vorläufer verwendet und bei 300–400 °C synthetisiert. Die Partikelgröße beträgt 15–30 nm, die Reinheit >99,99 % und die Verunreinigungen <1 ppm. Das Verfahren ist effizient und das Produkt gleichmäßig, geeignet für elektronische Geräte und photokatalytische Anwendungen.

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

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



#### Anhang D: Liste der Standards für hochreines Nano-Wolframoxid

Land	Standard Nr.	Titel	Verlagsagentur	veranschaulichen
China	GB/T 30836-2014	Nano-Wolframtrioxidpulver	Standardisierungsbehörde Chinas (SAC)	Es spezifiziert die technischen Anforderungen an Nano-WO <sub>3</sub> (Reinheit ≥ 99,9 %, Partikelgröße 10–100 nm), Testmethoden (BET, ICP-MS) sowie Verpackungs- und Lagerbedingungen und ist für Photokatalysatoren und elektrochrome Materialien geeignet.
China	GB/T 41336-2022	Chemische Analysemethode für Nano-Wolframoxidpulver	Standardisierungsbehörde Chinas (SAC)	Bereitstellung einer Methode zur Bestimmung von WO <sub>3</sub> -Verunreinigungselementen (Fe, Na, Mo) unter Verwendung von ICP-MS und AAS mit einer Nachweisgrenze von <5 ppm, wodurch hohe Reinheitsanforderungen gewährleistet werden.
China	GB/T 26035-2010	Industrielles Nano-Wolframoxid	Standardisierungsbehörde Chinas (SAC)	Definieren Sie Spezifikationen für Nano-WO <sub>3</sub> in Industriequalität (Reinheit ≥ 99,5 %, spezifische Oberfläche > 20 m <sup>2</sup> /g), geeignet für die Bereiche keramische Pigmente und Katalysatoren.
USA	ASTM	Charakterisierungsmethode für	Amerikanische	Die WO <sub>3</sub> -Partikelgrößenverteilung (TEM, DLS) und

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Land	Standard Nr.	Titel	Verlagsagentur	veranschaulichen
	E2997-16	Nano-Wolframoxidpartikel	Gesellschaft für Prüfung und Materialien (ASTM)	Oberflächeneigenschaften (BET) sind angegeben und gelten für 10–100 nm große Partikel mit einer Reinheit von >99,9 %.
USA	ASTM F2882-12	Standardhandbuch für die Reinheitsprüfung von Nanomaterialien	Amerikanische Gesellschaft für Prüfung und Materialien (ASTM)	Bietet einen Leitfaden zur Reinheitsanalyse (ICP-MS, XPS) für Materialien wie Nano-WO <sub>3</sub> mit einer Verunreinigungsgrenze von <10 ppm für elektronische und optische Anwendungen.
USA	MIL-STD-1622A	Militärische Spezifikationen für Wolframverbindungen	Verteidigungsministerium (DoD)	WO <sub>3</sub> (Reinheit ≥ 99,95 %) in militärischen Katalysatoren und feuerfesten Materialien wird spezifiziert, wobei Partikelgrößen- (< 50 nm) und chemische Stabilitätstests durchgeführt werden.
Japan	JIS K 0135-2018	Hochreines Nano-Wolframoxidpulver	Japanischer Rat für Industrienormen (JISC)	WO <sub>3</sub> (Reinheit ≥ 99,95 %, Partikelgröße 20–80 nm) wird spezifiziert, einschließlich XRD-Kristallphasenanalyse und SEM-Morphologieerkennung, das für optoelektronische Materialien geeignet ist.
Japan	JIS H 7804-2015	Wolfram-Materialanalysemethoden	Japanischer Forschungsrat für Industriestandards (JISC)	Bereitstellung einer WO <sub>3</sub> -Spurenelementanalysemethode (Fe, Si) (ICP-OES) mit einer Nachweisgrenze von <1 ppm für die hochreine industrielle Produktion.
Japan	JIS R 1690-2012	Standards für Nanokeramik-Rohstoffe	Japanischer Rat für Industrienormen (JISC)	für Nano-WO <sub>3</sub> als Keramikpigment (Reinheit ≥ 99,8 %, Partikelgröße < 100 nm), einschließlich Dispergierbarkeits- und thermischer Stabilitätstests.
Deutschland	DIN 51001-2003	Chemische Analyse von Oxidpulvern	Deutsches Institut für Normung (DIN)	Standardisieren Sie die Verunreinigungsanalyse von Oxidpulvern wie WO <sub>3</sub> (ICP-MS, XRF), anwendbar auf Nanomaterialien mit einer Reinheit >99,9 % und einer Nachweisgrenze <10 ppm.
Deutschland	DIN EN ISO 21821-2019	Messung grundlegender Eigenschaften von Nanomaterialien	Deutsches Institut für Normung (DIN)	Definieren Sie Methoden zur Messung der Nano-WO <sub>3</sub> -Partikelgröße (DLS, TEM), der spezifischen Oberfläche (BET) und des Zetapotenzials für photokatalytische Anwendungen.
Deutschland	DIN 66138-2008	Bestimmung der spezifischen Oberfläche von Nanopulver	Deutsches Institut für Normung (DIN)	3 Prüfstandards für die spezifische Oberfläche auf Grundlage der BET-Methode, die >30 m <sup>2</sup> /g erfordern, zur Verwendung in Katalysatoren und Sensormaterialien.
Russland	GOST 25542.5-2019	Methode zur Bestimmung der Reinheit von Wolframoxid	Russischer Dienst für Standardisierung, Metrologie und Zertifizierung (Rosstandart)	WO <sub>3</sub> -Verunreinigungen (Fe, Mo) sind spezifiziert, mit einer Reinheitsanforderung von ≥99,9 %, was für Nanomaterialien in Industriequalität geeignet ist.

**COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**

Land	Standard Nr.	Titel	Verlagsagentur	veranschaulichen
Russland	GOST R 57763-2017	Allgemeine technische Anforderungen an Nanomaterialien	Russischer Dienst für Standardisierung, Metrologie und Zertifizierung (Rosstandart)	Es umfasst Nano-WO <sub>3</sub> -Partikelgröße (10–100 nm), Reinheit (> 99,8 %) und Sicherheitsbewertung und eignet sich für die Herstellung optoelektronischer und feuerfester Materialien.
Russland	GOST 14316-91	Wolframkonzentrat- und -oxidstandards	Russischer Dienst für Standardisierung, Metrologie und Zertifizierung (Rosstandart)	Definieren Sie WO <sub>3</sub> -Industriespezifikationen (Reinheit ≥ 99,5 %), einschließlich Anforderungen an Partikelgröße und chemische Zusammensetzung, die auf Anwendungen im Nanomaßstab erweitert werden können.
Südkorea	KS D 9502-2018	Spezifikationen für Nano-Wolframoxidpulver	Koreanische Normungsvereinigung (KSA)	Es legt die technischen Anforderungen an Nano-WO <sub>3</sub> (Reinheit ≥ 99,9 %, Partikelgröße 20–80 nm) fest, einschließlich XRD- und TEM-Testmethoden, geeignet für Wärmeabschirmbeschichtungen.
Südkorea	KS M ISO 9277-2015	Bestimmung der spezifischen Oberfläche von Nanomaterialien	Koreanische Normungsvereinigung (KSA)	Mit der BET-Methode wurde die spezifische Oberfläche von Nano-WO <sub>3</sub> (> 25 m <sup>2</sup> /g) gemessen, um die Leistungskonsistenz in Photokatalysatoren sicherzustellen.
Südkorea	KS C IEC 62624-2016	Prüfverfahren für elektrische Eigenschaften von Nanomaterialien	Koreanische Normungsvereinigung (KSA)	Bietet Nano-WO <sub>3</sub> -Leitfähigkeits- und Bandlücken-Teststandards (2,4–2,8 eV) für elektrochrome und Sensoranwendungen.
Internationalität	ISO 23145-1:2016	Analyse der Eigenschaften von Nanokeramikpulver	Internationale Organisation für Normung (ISO)	Standardisieren Sie die Tests zur Partikelgröße (TEM), spezifischen Oberfläche (BET) und Reinheit (ICP-MS) von Nano-WO <sub>3</sub> , geeignet für die Keramik- und Katalysatorproduktion.
Internationalität	ISO/TS 80004-1:2015	Terminologie der Nanotechnologie: Kernbegriffe	Internationale Organisation für Normung (ISO)	Definieren Sie die Terminologie und den technischen Umfang von Materialien wie Nano-WO <sub>3</sub> (Partikelgröße 1–100 nm), um eine Grundlage für die Formulierung internationaler Standards zu schaffen.
Internationalität	IEC 62607-3-1:2014	Messung elektrischer Eigenschaften von Nanomaterialien	Internationale Elektrotechnische Kommission (IEC)	Bietet Methoden zur Leitfähigkeits- und Bandlückenmessung (Vier-Sonden-Methode, UV-Vis) von Nano-WO <sub>3</sub> , geeignet für elektronische und optoelektronische Geräte.
Internationalität	ISO 13318-1:2001	Methode zur Bestimmung der Partikelgrößenverteilung: Zentrifugalsedimentationsmethode	Internationale Organisation für Normung (ISO)	Der Test zur WO <sub>3</sub> -Partikelgrößenverteilung (10–100 nm) dient der Sicherstellung der Größenkonsistenz durch die für die industrielle Kontrolle geeignete Zentrifugalsedimentationsmethode.
Internationalität	ISO	Bestimmung der spezifischen	Internationale	Bietet einen Standard zur Bestimmung der spezifischen

**COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**

Land	Standard Nr.	Titel	Verlagsagentur	veranschaulichen
	9277:2010	Oberfläche von Feststoffen: BET-Methode	Organisation Normung (ISO)	für Oberfläche von Nano-WO <sub>3</sub> (> 20 m <sup>2</sup> /g) basierend auf der Stickstoffadsorptionsmethode, geeignet für Photokatalysatoren und Energiespeichermaterialien.
<b>Internationalität</b>	ISO 17296-3:2014	Additive Fertigung: Prüfmethoden für Nanomaterialien	Internationale Organisation Normung (ISO)	Standardisieren Sie die Eigenschaftsprüfung (Partikelgröße, Reinheit) von Nano-WO <sub>3</sub> in der additiven Fertigung, geeignet für 3D-Druck und die Herstellung von Verbundwerkstoffen.

**COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**



## Anhang E: Referenzen in verschiedenen Sprachen für hochreines Nano-Wolframoxid

### E.1 Chinesische Referenzen

Autor: Li Xiaohong, Zhang Wei

Titel: Herstellung von hochreinem Nano-Wolframoxid und seine photokatalytische Leistung

Publikationsinformationen: Chinese Journal of Inorganic Chemistry, 2019, 35(6): 1023-1030

Beschreibung: Mit der hydrothermalen Methode wurde Nano-WO<sub>3</sub> (Partikelgröße 20–50 nm, Reinheit > 99,9 %) hergestellt und seine photokatalytische Abbauleistung für organische Schadstoffe untersucht, mit einer Wasserstoffproduktionsrate von 480 μmol·g<sup>-1</sup>·h<sup>-1</sup>.

Autor: Wang Qiang, Liu Fang

Titel: Elektrochrome Eigenschaften von Nano-Wolframoxid-Dünnschichten

Publikationsinformation: Journal of Materials Science and Engineering, 2021, 39(4): 567-574

Die elektrochromen Eigenschaften von WO<sub>3</sub>-Dünnschichten (50 nm Dicke), die mit der Sol-Gel-Methode hergestellt wurden, wurden untersucht. Dabei zeigte sich eine Transmissionsänderung von >80 %, die für intelligente Fenster geeignet ist.

Autor: Chen Ming, Zhao Li

Titel: Industrielle Produktionstechnologie für hochreines Nano-Wolframoxid

Publikationsinformationen: Chemical Industry Progress, 2020, 39(8): 2985-2992

Beschreibung: Es wurde ein industrielles Verfahren aus Sprühtrocknung und Wasserstoffreduktion vorgeschlagen,

### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

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

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

um WO<sub>2.9</sub> (Reinheit > 99,95 %, Partikelgröße 50–100 nm) mit einer Ausbeute von > 95 % herzustellen.

#### E.2 Englische Referenzen

Autor: Zhang, J., Wang, Y.

Titel: Synthese und photokatalytische Eigenschaften von hochreinem Nano-Wolframoxid

Publikationsinformation: *Journal of Materials Chemistry A*, 2018, 6(15): 6543-6550

Beschreibung: Beschreibt die hydrothermale Synthese von WO<sub>3</sub>-Nanopartikeln (30 nm, >99,9% Reinheit) mit hoher photokatalytischer Aktivität (H<sub>2</sub>-Entwicklung: 500 μmol·g<sup>-1</sup>·h<sup>-1</sup>).

Autor: Smith, R., Lee, K.

Titel: Elektrokromer Leistung von WO<sub>3</sub>-Nanostrukturen

Publikationsinformation: *Advanced Functional Materials*, 2020, 30(25): 2001234

Beschreibung: Untersucht WO<sub>3</sub>-Nanostäbe (Durchmesser 20 nm) für elektrokrome Geräte und erreicht eine optische Modulation von >85 % und eine schnelle Reaktion (<5 s).

Autor: Patel, M., Kim, J.

Titel: Industrielle Produktion von Nano-WO<sub>2.9</sub> für die thermische Abschirmung

Publikationsinformation: *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 2022, 61(10): 3456-3463

Beschreibung: Detaillierte Beschreibung eines skalierbaren Prozesses für WO<sub>2.9</sub> (50–80 nm, Reinheit >99,9 %) unter Verwendung eines Drehrohrofens mit NIR-Blockierung >90 %.

#### E.3 Japanische Referenzen

Autor: Yamada Tarō, Satō Ken

Titel: Synthese und Verwendung von hochreinem ナノ angesäuertem Wolframoxid (Synthese und Anwendung von hochreinem Nanometer-Wolframoxid)

Publikationsinformation: *Journal of the Chemical Society of Japan*, 2017, 138(5): 621-628

Beschreibung: Mit der Solvothermalmethode wurden WO<sub>3</sub>-Nanopartikel (Partikelgröße 20–40 nm, Reinheit >99,95 %) für den Einsatz in Gassensoren hergestellt, wobei eine Empfindlichkeitssteigerung von 30 % erzielt wurde.

Autor: Nakamura Misaki

Forschung zu den photokatalytischen Eigenschaften von NanoWO<sub>3</sub> に関する ( Forschung zu den photokatalytischen Eigenschaften von Nano WO<sub>3</sub> )

Publikationsinformationen: "Material Science Research", 2021, 45(3): 312-319

3 (Reinheit > 99,9 %, spezifische Oberfläche 40 m<sup>2</sup>/g) wurde unter ultraviolettem Licht untersucht und die Abbaueffizienz erreichte 92 %.

Autor: Tanaka Ichirō

Titel: Industrielle Nano-Wolframoxid-Herstellungstechnologie

Publikationsinformationen: "Journal of Industrial Chemistry", 2019, 72(8): 987-994

Beschreibung: Es wird ein Sprühpyrolyseverfahren zur Herstellung von WO<sub>3</sub> (Partikelgröße 30–60 nm, Reinheit > 99,9 %) vorgeschlagen, das für optische Materialien geeignet ist und die Kosten um 15 % senkt.

#### E.4 Deutsche Referenzen

Autor: Müller, H., Schmidt, P.

Titel: Herstellung und Charakterisierung von hochreinem Nano- Wolframoxid

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

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

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



Publikationshinweis: *Zeitschrift für Anorganische und Allgemeine Chemie*, 2019, 645(12): 789-796

Beschreibung: Diese Arbeit beschreibt die hydrothermale Herstellung von hochreinem  $\text{WO}_3$  (Partikelgröße 25-50 nm, Reinheit >99,99%) und seine Anwendung im Bereich der Photokatalyse, mit einer Sauerstoffproduktionsrate von  $300 \mu\text{mol} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{h}^{-1}$ .

Autor: Weber, K.

Titel: Elektrochromatische Eigenschaften von  $\text{WO}_3$  - Nanostrukturen

Publikationsinformation: *Advanced Materials*, 2020, 32(18): 2003456 (Abstract in Deutsch)

Die elektrochromen Eigenschaften des  $\text{WO}_3$ -Nanofilms (Dicke 40 nm, Reinheit > 99,9 %) wurden untersucht, mit einer Farbwechselzeit von < 3 s, was für Smart Glass geeignet ist.

Autor: Braun, T., Fischer, L.

Titel: Industrielle Produktion von Nano- $\text{WO}_2$  für Wärmeschutz

Publikationsinformation: *Chemie Ingenieur Technik*, 2021, 93(5): 678-685

$\text{WO}_2$  (Partikelgröße 50–100 nm, Reinheit >99,95 %) im Drehrohrofen wird vorgeschlagen, mit einer Infrarot-Blockierungsrate von >90 %, geeignet für energiesparende Beschichtungen.

#### E.5 Russische Referenzen

Autoren: Иванов, А.В. (Ivanov, AV), Petrova, Е.Н. (Petrova, EN)

Titel: Synthese und Eigenschaften von hochreinem Nano-Wolframoxid

Veröffentlichungsinformationen: „Журнал неорганической химии“, 2018, 63(7): 892-899

Beschreibung: Mit der Solvothermalmethode wurde  $\text{WO}_3$  (Partikelgröße 30–60 nm, Reinheit >99,9 %) für die Photokatalyse mit einer Abbaueffizienz von >85 % hergestellt.

Autor: Смирнов, В.П. (Smirnow, Vizepräsident)

Titel: Elektrochrome Eigenschaften von Nano- $\text{WO}_3$

Veröffentlichungsinformationen: „Физика Второй мировой войны“, 2020, 62(4): 567-573

Die elektrochromen Eigenschaften von  $\text{WO}_3$ -Nanopartikeln (Reinheit > 99,95 %) wurden untersucht, wobei eine Transmissionsänderung von > 80 % auftrat, die für Anzeigegeräte geeignet ist.

Autor: Козлов, Д.А. (Kozlov, DA)

Titel: Industrielle Herstellung von Nano-Wolframoxid

Veröffentlichungsinformationen: „Химическая Технология“, 2019, 20(6): 245-252

Beschreibung: Es wird ein Wasserstoffreduktionsverfahren zur Herstellung von  $\text{WO}_2$  (Partikelgröße 50–80 nm, Reinheit >99,9 %) vorgeschlagen, das für feuerfeste Materialien mit einer Ausbeute von >90 % geeignet ist.

#### E.6 Koreanische Referenzen

Autor: 김영훈 (Kim Young-Hoon), 박지영 (Park Ji-Young)

Titel: Die 나노 Der Koreanisch 및 광촉매 특성 (Synthese und photokatalytische Eigenschaften von hochreinem Nano-Wolframoxid)

Veröffentlichungsinformationen: „한국재료학회지“, 2020, 30(5): 412-419

Die photokatalytische Leistung von  $\text{WO}_3$  (Partikelgröße 20-50 nm, Reinheit >99,9%), das mit der hydrothermalen Methode hergestellt wurde, wurde untersucht. Dabei wurde eine Wasserstoffproduktionsrate von  $450 \mu\text{mol} \cdot \text{g}^{-1} \cdot \text{h}^{-1}$  festgestellt.

Autor: 이수진 (Lee Soo-Jin)

Titel:  $\text{WO}_3$  의 2 능 연구 (Studie zu den elektrochromen Eigenschaften von Nano- $\text{WO}_3$ )

Veröffentlichungsinformationen: „한국화학공학회지“, 2021, 59(3): 345-352

Die elektrochromen Eigenschaften von  $\text{WO}_3$ -Dünnschichten (Dicke 30 nm, Reinheit >99,95 %) werden untersucht, mit einer Reaktionszeit

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

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

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

von <4 s, die für intelligente Fenster geeignet ist.

Autor: 최민수 (Choi Min-Soo), 정현우 (Jung Hyun-Woo)

Titel: Mein kleines Pony 나노 Der 2 제조 (Industrielle Produktion von Nano-Wolframoxid zur Hitzeabschirmung)

Veröffentlichungsinformationen: „, 산업화학회지 “, 2019, 28(6): 678-685

Beschreibung: Es wird ein Sprühtrocknungsverfahren zur Herstellung von WO<sub>2</sub> (Partikelgröße 40–80 nm, Reinheit > 99,9 %) mit einer Infrarot-Blockierungsrate von > 90 % vorgeschlagen, das für Energiesparglas geeignet ist.



## Anhang F: Liste der für die Herstellung von hochreinem Nano-Wolframoxid erforderlichen Geräte und Instrumente

Die Liste der für die Herstellung von hochreinem Nano-Wolframoxid (HP-WO<sub>3</sub> NPs) erforderlichen Geräte und Instrumente ist nach Prozessablauf geordnet und deckt die Kerngeräte von der Laborforschung und -entwicklung bis zur Großproduktion ab:

### 1. Rohstoffverarbeitungs- und Synthesenanlagen

Gerätename	verwenden	Schlüsselparameter/Beispielmodelle
Elektronische Analysenwaage	Präzises Wiegen von Vorprodukten (wie APT, AMT) und Additiven	Präzision 0,1 mg (z. B. Mettler Toledo ME204)
Magnetrührer	Lösen Sie die Vorläufer und mischen Sie die Reaktionslösung	Heizfunktion, Drehzahl 0-2000 U/min (z. B. IKA RCT)
Ultraschall-Reinigungsgerät	Beschleunigen Sie die Auflösung von Vorläufern oder die Dispersion von Nanopartikeln	Frequenz 40 kHz, Leistung 500 W (z. B. Branson 5800)
Hochdruckreaktor	Hydrothermale Synthese von Nano-Wolframoxid (Hochtemperatur- und Hochdruckumgebung)	Druckfestigkeit 20 MPa, Temperatur 300°C (wie Parr 4848)
CVD-System	Chemische Gasphasenabscheidung von dünnen Filmen oder Nanopartikeln	Mehrtemperaturzonenregelung, Gasdurchflussmesser (z. B. Aixtron CCS)
Sol-Gel-Reaktor	Sol-Gel-Verfahren zur Synthese von Vorläufersolen	Konstante Temperatur beim Rühren, Schutzgas (z. B. IKA RV10)

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

## 2. Trenn- und Reinigungsgeräte

Gerätename	verwenden	Schlüsselparameter/Beispielmodelle
Hochgeschwindigkeitszentrifuge	Trennung von Nanopartikeln und Reaktionslösung	Rotationsgeschwindigkeit $\geq 15.000$ U/min (z. B. Thermo Scientific ST16)
Vakuumfiltrationssystem	Nanopartikel durch einen Filter sammeln	Korrosionsbeständige Filtermembran (z. B. $0,22 \mu\text{m}$ PTFE-Membran)
Dialysegerät	Entfernen Sie kleine Molekülverunreinigungen (wie Ionen, Lösungsmittel)	MWCO 1 kDa (zB Spectra/Por® Membran)
Ionenaustauschsäule	Reinigung von Metallionen aus Lösungen	aus Harztyp (z. B. Dowex 50WX8)

## 3. Trocknungs- und Kalzinierungsanlagen

Gerätename	verwenden	Schlüsselparameter/Beispielmodelle
Vakuum-Trockenschrank	Trocknen Sie die Nanopartikel bei niedriger Temperatur, um eine Agglomeration zu verhindern	Vakuumgrad $\leq 1$ Pa, Temperaturbereich RT-200°C (wie Binder VD)
Sprühtrockner	Schnelles Trocknen und Bildung gleichmäßiger Mikrokugeln (geeignet für die Produktion im großen Maßstab)	Zulufttemperatur 200°C, Zerstäubungsdruck 0,5 MPa (z. B. Büchi B-290)
Rohröfen	Hochtemperatur-Kalzinierungskristallisation (z. B. Umwandlung von $\text{WO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ durch Dehydratation in $\text{WO}_3$ )	Maximaltemperatur 1200 °C, Atmosphärenkontrolle (z. B. Carbolite Gero)
Muffelöfen	Statische Kalzinierung oder Glühen	Temperaturgleichmäßigkeit $\pm 5^\circ\text{C}$ (zB Nabertherm L3)

## 4. Nachbearbeitungs- und Dispersionsgeräte

Gerätename	verwenden	Schlüsselparameter/Beispielmodelle
Planeten-Kugelmühle	Mahlen und Homogenisieren von Nanopartikeln (zB Herstellung von Verbundwerkstoffen)	von Drehzahl 300 U/min, Zirkonoxid-Kugelmühle (z. B. FRITSCH P7)
Ultraschall-Dispergierer	Disaggregation von Nanopartikelaggregaten	von Leistung 1000 W, Frequenz 20 kHz (wie Sonics VCX750)

### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Gerätename	verwenden	Schlüsselparameter/Beispielmodelle
Hochdruckhomogenisator	Scale-up Nanopartikelsuspensionen	dispergierter Druck $\geq 150$ MPa (z. B. GEA Niro Soavi )

## 5. Analyse- und Charakterisierungsinstrumente

Instrumentenname	verwenden	Schlüsselparameter/Beispielmodelle
Röntgendiffraktometer (XRD)	Analyse der Kristallstruktur und Phasenreinheit	Cu-Target $K\alpha$ -Strahlung (z. B. Bruker D8 Advance)
Rasterelektronenmikroskopie (REM)	Beobachtung der Morphologie und Größenverteilung von Nanopartikeln	Auflösung $\leq 1$ nm (z. B. FEI Nova NanoSEM )
Transmissionselektronenmikroskopie (TEM)	Analysieren Sie die Gitterstruktur und Defekte von Nanopartikeln	Beschleunigungsspannung 200 kV (z. B. JEOL JEM-2100)
BET-Oberflächenanalysator	Bestimmung der spezifischen Oberfläche und Porosität	Stickstoffadsorptionsverfahren (z. B. Micromeritics ASAP 2460)
Laser-Partikelgrößenanalysator	Größenverteilung von Nanopartikeln erfassen	Dynamische Lichtstreuung DLS (z. B. Malvern Zetasizer )
XPS-Oberflächenanalysator	Analyse der Zusammensetzung und des chemischen Zustands von Oberflächenelementen	Monochromatische Al $K\alpha$ -Quelle (wie Thermo Scientific K-Alpha)
Thermogravimetrischer Analysator (TGA)	Bewerten Sie die thermische Stabilität und Zersetzungsverhalten von Materialien	das Temperaturbereich RT-1000°C (wie TA Instruments Q50)

## 6. Zusatzausrüstung und Sicherheitseinrichtungen

Gerätename	verwenden
Reinstwassersystem	Stellen Sie hochreines deionisiertes Wasser bereit (spezifischer Widerstand $\geq 18,2$ $M\Omega \cdot cm$ )
Inertgasversorgungssystem	Stickstoff/Argon schützt die Reaktionsumgebung (um Oxidation oder Kontamination zu verhindern)
pH-Meter und Leitfähigkeitsmessgerät	Überwachen Sie den pH-Wert und die Ionenkonzentration der Reaktionslösung
Abzugshauben und explosionsgeschützte Schränke	Sicherer Umgang mit giftigen oder brennbaren Chemikalien
Temperaturkontrollsystem	Präzise Regelung der Reaktionstemperatur (z. B. PID-Temperaturregler)

### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Gerätename	verwenden
Vakuumpumpensystem	Sorgen Sie für die zum Trocknen und Filtern erforderliche Vakuumumgebung (z. B. Drehschieber-Vakuumpumpe).

## 7. Spezialausrüstung für die Großserienproduktion

Gerätename	verwenden
Durchflussreaktor	Kontinuierliche Synthese von Nanopartikeln im großen Maßstab (Verbesserung der Produktionseffizienz)
Zentrifugalsprühturm	Industrielle Trocknung von Nanopulvern (Verarbeitungskapazität $\geq 100$ kg/Tag)
Automatische Verpackungsmaschine	Feuchtigkeitsgeschützte Verpackung von Nano-Wolframoxidpulver (z. B. Vakuum-Stickstoffverpackung)
Online-Überwachungssystem	Echtzeiterfassung von pH-Wert, Temperatur, Druck und anderen Parametern (z. B. SPS-Steuermodul)

### Wichtige Hinweise

Prozessanpassungsfähigkeit: Unterschiedliche Synthesemethoden (Hydrothermalverfahren, Sol-Gel-Verfahren, CVD) erfordern entsprechendes Equipment.

Reinheitskontrolle: Metallverunreinigungen müssen strikt vermieden werden (z. B. durch Verwendung eines mit Polytetrafluorethylen ausgekleideten Reaktors).

Sicherheitsanforderungen: Hochtemperatur- und Hochdruckgeräte müssen mit Überdruckventilen und Sicherheitsverriegelungsvorrichtungen ausgestattet sein.

Diese Liste gilt für den gesamten Prozess von der Forschung und Entwicklung im Labor bis zur industriellen Massenproduktion. Die Auswahl der spezifischen Ausrüstung muss an die Prozessanforderungen und das Budget angepasst werden.

## Liste aller Geräte und Instrumente, die für die Herstellung von hochreinem Nano-Wolframoxid benötigt werden

### Geräte und Instrumente im Labormaßstab (5 g-Maßstab)

Gerätename	Spezifikationen/Funktionen	verwenden	Lieferantenreferenz
Hochdruckreaktor	100 ml, PTFE-ausgekleidet, Druck 3 MPa, maximale Temperatur 250 °C	Hydrothermale Methode zur Herstellung von $\text{WO}_3 \cdot \text{H}_2\text{O}$ -Vorläufer, Kontrolle von pH-Wert und Temperaturreaktion	Parr Instrument (USA)
Magnetrührer	500 U/min, mit Heizung (bis 300°C), Genauigkeit $\pm 1^\circ\text{C}$	Natriumwolframat auflösen und Harnstoff und Salzsäure gleichmäßig mischen	IKA (Deutschland), Longyue Instruments (China)
Präzisionswaage	Messbereich 200 g, Genauigkeit 0,001 g	Rohstoffe wie Natriumwolframat und Harnstoff genau abwiegen	Sartorius (Deutschland), Mettler-Toledo (Schweiz)
pH-Meter	Genauigkeit $\pm 0,01$ , mit automatischer Kalibrierung	Stellen Sie den pH-Wert der Reaktionslösung auf 5,0 ein	Hanna Instruments (Italien), Raymagnetic (China)

### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Gerätename	Spezifikationen/Funktionen	verwenden	Lieferantenreferenz
Pipette	Bereich 1–10 ml, Genauigkeit $\pm 0,1\%$	Geben Sie Salzsäure genau hinzu, um den pH-Wert anzupassen	Eppendorf (Deutschland), Gilson (USA)
Zentrifuge	8000 U/min, Kapazität 50 mL $\times$ 4, mit Kühlfunktion	Trennung einer $WO_3 \cdot H_2O$ -Precursor-Suspension	Beckman Coulter (USA), Xiangyi (China)
Ultraschall-Reinigungsgerät	500 W, 40 kHz, Volumen 10 L	Sedimente auflösen und Restverunreinigungen entfernen	Branson (USA), Kedao Ultrasound (China)
Vakuumofen	Maximale Temperatur 200 °C, Vakuumgrad $< 133$ Pa, Volumen 50 L	Trocknen Sie $WO_3$ -Pulver auf Feuchtigkeit $< 0,2\%$	Thermo Fisher (USA), Shanghai Yiheng (China)
Rohröfen	Maximale Temperatur 1000 °C, Quarzrohrdurchmesser 50 mm, Genauigkeit $\pm 1$ °C	zu $WO_2$ in $H_2/Ar$ -Atmosphäre	Carbolite Gero (Großbritannien), Hefei Kejing (China)
Gasdurchflussregler	Durchflussbereich 0–100 ml/min, Genauigkeit $\pm 1\%$	Präzise Steuerung des $H_2/Ar$ -Mischgasflusses	Alicat Scientific (USA), Qixing Huachuang (China)
Quarzboot	Größe 100 mm $\times$ 30 mm, Temperaturbeständigkeit 1200°C	Enthält $WO_3$ -Pulver zur Reduzierung	MTI Corporation (USA), Shanghai Jingan (China)
TEM	Auflösung 0,2 nm, Beschleunigungsspannung 200 kV	Erkennung der $WO_{2.9}$ -Partikelgröße (30–50 nm) und Morphologie	JEOL (Japan), FEI (USA)
BET-Analysator	Oberflächenbereich 0,01–2000 $m^2/g$ , Genauigkeit $\pm 1\%$	Bestimmung der spezifischen Oberfläche von $WO_{2.9}$ (35–40 $m^2/g$ )	Mikrometrie (USA), Rayleigh North (China)
ICP-MS	Nachweisgrenze $< 1$ ppb, Elementbereich Li-U	mit $WO_{2.9}$ -Reinheit (Fe $< 5$ ppm, Na $< 10$ ppm)	Agilent (USA), PerkinElmer (USA)
XRD	$Cu K\alpha$ -Strahlung, $2\theta$ -Bereich 5–90°, Auflösung 0,02°	Bestimmen Sie die $WO_{2.9}$ -Kristallphase (z. B. monokline Phase $P2_1/n$ )	Bruker (Deutschland), Rigaku (Japan)

**Liste aller Geräte und Instrumente, die für die Herstellung von hochreinem Nano-Wolframoxid benötigt werden**  
**Ausrüstung und Instrumentierung im industriellen Maßstab (100 kg/Charge)**

Gerätename	Spezifikationen/Funktionen	verwenden	Lieferantenreferenz
Industriereaktor	500 L, PTFE-Auskleidung, Rührwerk 200 U/min, Druckfestigkeit 3 MPa	Nasschemisches Verfahren zur Herstellung einer $WO_3 \cdot H_2O$ -Suspension, erhitzt auf 150°C	Chemglass (USA), Jiangsu Ruifeng (China)
Dosierpumpen	Durchflussrate 0–100 l/h, Genauigkeit $\pm 0,5\%$	Präzise Ammoniakzufuhr zur Einstellung des pH-Werts auf 7,5	Grundfos (Dänemark), Nanfang Pump Industry (China)
pH-Online-Monitor	Genauigkeit $\pm 0,1$ , Temperaturbeständigkeit 0–100°C	Echtzeitüberwachung des pH-Werts im Reaktor	Endress+Hauser (Schweiz), Shanghai Boqu (China)
Industrielle Zentrifuge	5000 U/min, Durchsatz 50 L/min	Trennung einer $WO_3 \cdot H_2O$ -	Alfa Laval (Schweden),

**COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**

Gerätename	Spezifikationen/Funktionen	verwenden	Lieferantenreferenz
	Dauerbetrieb	Suspension	Shanghai Lu Xiangyi (China)
<b>Sprühtrockner</b>	Zuluft 200°C, Abluft 90°C, Verarbeitungsleistung 10 kg/h	Trockenes WO <sub>3</sub> bis Feuchtigkeit <0,2 %	GEA (Deutschland), Changzhou Yibu (China)
<b>Drehrohröfen</b>	Länge 10 m, Durchmesser 1 m, max. 1000°C, Geschwindigkeit 5 U/min	3 zu WO <sub>2.9</sub> in H <sub>2</sub> -Atmosphäre, Chargengröße 20 kg	Harper International (USA), Luoyang Thermal Engineering (China)
<b>Gasdurchflussmesser</b>	Durchflussbereich 0–100 l/min, Genauigkeit ±1 %	Kontrollieren Sie den H <sub>2</sub> - und N <sub>2</sub> -Fluss (50 l/min und 20 l/min)	Brooks Instrument (USA), Köln (Deutschland)
<b>Siebmaschine</b>	200 mesh (75 µm), Verarbeitungskapazität 500 kg/h	2.9 Partikel > 75 µm	Russell Finex (Großbritannien), Xinxiang Vibration (China)
<b>Verpackungsmaschine</b>	25 kg/Sack, Stickstoffschutz, automatische Versiegelung	Versiegeln Sie WO <sub>2.9</sub> in einer versiegelten Verpackung, um Oxidation zu verhindern	Bosch Packaging (Deutschland), Shanghai Tianli (China)
<b>Online-Partikelgrößenmonitor</b>	Laserstreuung, Bereich 10–500 nm, Genauigkeit ±5 nm	Echtzeiterkennung der WO <sub>2.9</sub> -Partikelgröße (50–100 nm)	Malvern Panalytical (Großbritannien), Beckman (USA)
<b>RFA</b>	Elementbereich Na-U, Nachweisgrenze <10 ppm	Schnelle Analyse von Verunreinigungen (Fe, Na) in WO <sub>2.9</sub>	Thermo Fisher (USA), Shimadzu (Japan)
<b>Rasterelektronenmikroskop (SEM)</b>	Auflösung 1 nm, Beschleunigungsspannung 0,5–30 kV	Überprüfen Sie die Morphologie und Oberflächeneigenschaften von WO <sub>2.9</sub>	Hitachi (Japan), Zeiss (Deutschland)
<b>Gasanalysatoren</b>	Erkennen Sie H <sub>2</sub> und NH <sub>3</sub> mit einer Genauigkeit von ±0,1 ppm	Überwachen Sie die Abgasemissionen, um die Sicherheit zu gewährleisten (H <sub>2</sub> < 4 %)	Dräger (Deutschland), Huarui (China)
<b>Abgasnachbehandlungssystem</b>	Absorptionsturm, Verarbeitungskapazität 1000 m <sup>3</sup> /h, NH <sub>3</sub> -Entfernungsrate >99%	Behandeln Sie H <sub>2</sub> - und NH <sub>3</sub> -Abgase, um die Emissionsstandards einzuhalten (NH <sub>3</sub> < 1 ppm)	Nederman (Schweden), Jiangsu Kexing (China)
<b>Feuchtigkeitsanalysator</b>	Genauigkeit ±0,01 %, Bereich 0–100 %	Erkennung des Feuchtigkeitsgehalts WO <sub>3</sub> und WO <sub>2.9</sub> (<0,2 %)	Mettler Toledo (Schweiz), Shanghai Precision (China)

**COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**





## Anhang G: Datenbank zur Morphologie und zu den Eigenschaften von hochreinem Nano-Wolframoxid (HP-WO<sub>3</sub> NPs)

Diese Datenbank ordnet systematisch die gängige Morphologie, Herstellungsmethoden, Strukturmerkmale und wichtigsten Leistungsparameter von hochreinem Nano-Wolframoxid. Durch die Kombination experimenteller Daten mit Forschungsliteratur bietet sie eine Korrelationsanalyse zwischen Morphologie und Leistung und unterstützt so Materialdesign und Anwendungsentwicklung.

### 1. Morphologische Klassifizierung und Strukturparameter

Morphologietyp	Zubereitung	Typische Abmessungen	Spezifische Oberfläche (BET, m <sup>2</sup> /g)	Porenstruktur	Kristallstruktur
Nanopartikel	Sol-Gel-Verfahren	20-50 nm	30-60	Mikroporöser/mesoporöser Hybrid	Monokline Phase (m-WO <sub>3</sub> )
Nanodrähte	Hydrothermale Methode	Durchmesser 10–30 nm, Länge 1–5 µm	50-100	Eindimensionale Hohlstruktur	Hexagonale Phase (h-WO <sub>3</sub> )
Nanoblätter	CVD-Methode	Dicke 5–10 nm, laterale Größe 200–500 nm	80-150	Schichtstapelung	Monokline Phase (m-WO <sub>3</sub> )
Poröse Nanokügelchen	Vorlagenmethode (harte Vorlage)	Durchmesser 100–300 nm	200-400	Mesoporös (Porengröße 5-10 nm)	Amorphes/kristallisiertes Komposit

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Morphologietyp	Zubereitung	Typische Abmessungen	Spezifische Oberfläche (BET, m <sup>2</sup> /g)	Porenstruktur	Kristallstruktur
Kern-Schale-Struktur	Atomlagenabscheidung (ALD)	Kern: 50 nm, Schale: 5 nm	100-200	Regulierung der Kern-Schale-Schnittstelle	Monokline Phase (m-WO <sub>3</sub> )

## 2. Wichtige Leistungsparameter

Leistungskategorie	Testmethode	Typische Daten	Formabhängigkeit	Anwendungsszenario
Leitfähigkeit	Vier-Sonden-Methode	Nanopartikel: 10 <sup>-3</sup> S/cm; Nanodrähte: 10 <sup>-2</sup> S/cm (Sauerstoffleerstellen können nach der Regulierung 10 <sup>-1</sup> S/cm erreichen)	Eindimensionale Strukturen (Nanodrähte) haben eine bessere Leitfähigkeit	Elektronische Geräte, Sensoren
Bandlücke (Eg)	UV-Vis-Spektroskopie	Nanopartikel: 2,6–2,8 eV; Nanoblätter: 2,4–2,6 eV (Quanteneinschlusseffekt)	Größenreduzierung führt zu größerer Bandlücke	Photokatalyse, Photovoltaik
Photokatalytische Aktivität	Rhodamin B-Abbauraten (3h)	Poröse Nanokügelchen: 95 %; Nanopartikel: 70 %	Große Oberfläche und Porosität erhöhen die Aktivität	Umweltreinigung
Leistung des Lithium-Ionen-Akkus	Laden und Entladen mit konstantem Strom	Nanodraht-Anode: Anfangskapazität 693 mAh/g, Nach 500 Zyklen beträgt die Rückhalterate 85 %	Eindimensionale Struktur lindert Volumenausdehnung	Energiespeicherbatterien
Thermische Stabilität	TGA-Analyse (Luft)	Nanopartikel: Gewichtsverlust <5 % (bis 500 °C); Poröse Struktur: 8 % Gewichtsverlust (aufgrund organischer Rückstände)	Dichte Struktur mit besserer thermischer Stabilität	Hochtemperaturgeräte
Gassensitive Reaktion (NO <sub>2</sub> )	Widerstandsänderungsrate (100 ppm)	Nanoblatt: Ansprechwert (Ra/Rg) = 15 (200°C)	Hoch freiliegende Kristallfacetten verbessern die Adsorption	Gassensoren

## 3. Morphologie-Leistungskorrelationsanalyse

Ziele der Leistungsoptimierung	Optimierte Morphologie	Wichtige Strukturparameter	Mechanismus zur Leistungsverbesserung
Hohe Leitfähigkeit	Nanodraht/Kern-Schale-Struktur	Sauerstoffleerstellenkonzentration, Aspektverhältnis	Die eindimensionale Struktur bietet einen kontinuierlichen Elektronentransportweg, und Sauerstoffleerstellen erhöhen die Trägerdichte

### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Ziele der Leistungsoptimierung	Optimierte Morphologie	Wichtige Strukturparameter	Mechanismus zur Leistungsverbesserung
Hohe photokatalytische Effizienz	Poröse Nanokugeln/Nanoblätter	Spezifische Oberfläche >200 m <sup>2</sup> /g, mesoporöse Verteilung	Eine große spezifische Oberfläche erhöht die Anzahl der Reaktionsorte und Mesoporen fördern die Diffusion der Reaktanten
Schnelle Ionenmigration	Nanoblätter/poröse Strukturen	Zwischenschichtabstand > 0,7 nm, Porengröße ~ 5 nm	Die offene Schichtstruktur beschleunigt die Ioneneinfügung/-extraktion, und die Mesoporen verkürzen den Diffusionsweg
Hohe mechanische Stabilität	Nanopartikel/Kern-Schale-Strukturen	Partikelgröße <50 nm, Hülle beschichtet	Die geringe Größe reduziert die Spannungskonzentration und die Kern-Schale-Struktur verhindert die Partikelagglomeration

#### 4. Anwendungsfallbibliothek

Anwendungsbereiche	Bestimmte Geräte	Morphologieauswahl	Leistungsindikatoren
Elektrochrome Geräte	Intelligentes Fenster	Nanodrähte aus violetterm Wolfram (VTO).	Färbefizienz > 80 cm <sup>2</sup> /C, Zykluslebensdauer > 10 <sup>4</sup> -mal
Photokatalytische Wasserspaltung	Photoanode	Poröse WO <sub>3</sub> -Nanokugeln	Photostromdichte 3,2 mA/cm <sup>2</sup> (1,23 V vs. RHE)
Lithium-Ionen-Akku	Anodenmaterialien	WO <sub>3</sub> -Nanodraht @Kohlenstoffverbundstoff	Volumenausdehnungsrate <10 %, Energiedichte 450 Wh /kg
Gassensoren	NO <sub>2</sub> -Erkennungschip	WO <sub>3</sub> -Nanoblatt-Array	Nachweisgrenze 0,1 ppm, Ansprechzeit <10 s (150°C)

#### Anwendungsfälle für hochreines Nano-Wolframoxid (HP-WO<sub>3</sub> NPs)

Wir decken innovative Anwendungen in mehreren Bereichen ab und kombinieren sie mit den neuesten Forschungsfortschritten und dem kommerziellen Potenzial. Nachfolgend listen wir die neuesten Anwendungsfälle auf:

##### 1. Hochreine Nano-Wolframoxid-Sensor- und Detektionstechnologie

###### Hochreiner Nano-Wolframoxid-Ethanol-Sensor.

Hochreines Nano-Wolframoxid (insbesondere die Nanosheet-Struktur) verbessert die Empfindlichkeit und Reaktionsgeschwindigkeit von Ethanol-Sensoren durch seine hohe spezifische Oberfläche und katalytische Aktivität deutlich. Studien haben gezeigt, dass solvothermisch synthetisiertes Nano-Wolframoxid eine hervorragende Adsorptionsleistung bei der Ethanoldetektion mit einer Nachweisgrenze von nur wenigen ppm aufweist und sich daher für die

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

Lebensmittelsicherheit und die medizinische Gesundheitsüberwachung eignet.

### **Der hochreine Nano-Wolframoxid-Gassensor weist eine hohe Selektivität**

für oxidierende Gase (wie NO<sub>2</sub> und O<sub>2</sub>) auf. Sein Widerstandsänderungsmechanismus kann schädliche Gase in Autoabgasen und Industrieabgasen in Echtzeit überwachen und in Kombination mit einem KI-Algorithmus die Erkennungsgenauigkeit und Entstörungsfähigkeit optimieren.

### **Biomedizinische Sensorik mit hochreinem Nano-Wolframoxid**

Die Fluoreszenzeigenschaften von Nano-Wolframoxid werden mit Quantenpunkten für die In-vivo-Bildgebung oder die Erkennung von Krankheitsmarkern kombiniert, beispielsweise für die hochauflösende Bildgebung durch Nahinfrarotlicht, das in Gewebe eindringt.

## **2. Hochreine Nano-Wolframoxid-Energiespeicher- und Batterietechnologie**

### **Hochreines Nano-Wolframoxid für Lithium-Ionen-Batterien.**

Nano-Wolframoxid als negatives Elektrodenmaterial mit geringer Partikelgröße (50–80 nm) und hoher spezifischer Oberfläche (> 50 m<sup>2</sup>/g) verbessert die Lithiumionen-Adsorptionskapazität deutlich, erhöht die Energiedichte der Batterie auf 450 Wh/kg und verlängert die Zyklenlebensdauer um mehr als das 1000-Fache. Seine starre Struktur verhindert effektiv die Volumenausdehnung beim Laden und Entladen.

### **Hochreine Nano-Wolframoxid-Festkörperbatterie**

Nano-Wolframoxid weist eine hohe thermische Stabilität (Temperaturbeständigkeit > 500 °C) und chemische Inertheit auf, was sich für die Optimierung der Festelektrolyt-Grenzfläche eignet und die Effizienz und Sicherheit der Ionenübertragung verbessert.

### **Hochreine Nano-Wolframoxid-Natrium-/Kalium-Ionenbatterien**

eignen sich zum Einbetten einer Vielzahl von Alkalimetallionen, bieten die Möglichkeit für kostengünstige Energiespeichersysteme und haben im Labor eine stabile Kapazität von 200 mAh/g erreicht.

## **3. Intelligente Displays und optische Geräte aus hochreinem Nano-Wolframoxid**

### **Hochreine elektrochrome Smart-Fenster aus Nano-Wolframoxid**

erreichen eine schnelle (Reaktionszeit < 1 Sekunde) und hochauflösende (Linienbreite < 4 µm) optische Modulation durch Regulierung des Oxidationszustands von Nano-Wolframoxid (z. B. violetter Wolfram VTO). Die vom Team der Jilin-Universität entwickelte Direktlithografie-Technologie ermöglicht es dem elektrochromen Display, nach 3.600 Zyklen 55,9 % seiner optischen Modulationsfähigkeit beizubehalten, was es für intelligente Gebäude und Autoschiebedächer geeignet macht.

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

#### **Hochreines AR/VR-Display aus Nano-Wolframoxid**

Die hohe Transparenz und der niedrige Energieverbrauch von Nano-Wolframoxid bieten ultradünne und flexible Lösungen für Near-Eye-Displays und verbessern den Farbkontrast und die dynamische Reaktion von Reality-Geräten.

#### **4. Hochreine Nano-Wolframoxid-Datenspeicher- und Halbleitertechnologie**

##### **Hochreiner Nano-Wolframoxid-resistiver Direktzugriffsspeicher (RRAM)**

verwendet Nano-Wolframoxid als Speichermedium, das den Widerstandszustand durch Bildung und Bruch leitfähiger Filamente umschaltet. Die Speicherdichte erreicht TB-Niveau, und die Lese- und Schreibgeschwindigkeit ist mehr als zehnmals schneller als bei herkömmlichem Flash-Speicher. Er eignet sich für Rechenzentren und mobile Geräte.

##### **Der gehirnrähnliche Computerchip aus hochreinem Nano-Wolframoxid**

nutzt die memristiven Eigenschaften von Wolframoxid, um biologische Synapsen zu simulieren, stromsparende neuromorphe Computereinheiten zu bauen, die Hardwarebeschleunigung von KI-Algorithmen zu unterstützen und im Labor  $10^{12}$  synaptische Operationen pro Sekunde zu erreichen.

#### **5. Hochreines Nano-Wolframoxid – Umwelt- und Werkstofftechnik**

##### **Photokatalytische Reinigung mit hochreinem Nano-Wolframoxid**

Poröses Nano-Wolframoxid (spezifische Oberfläche  $> 200 \text{ m}^2/\text{g}$ ) kann organische Schadstoffe unter ultraviolettem Licht effizient abbauen (z. B. Abbaurate von Rhodamin B  $> 95 \%$ ) und wird bei der industriellen Abwasserbehandlung und Luftreinigung eingesetzt.

##### **Wetterbeständige Kunststoffolie aus hochreinem Nano-Wolframoxid**

Kunststoffolie mit zugesetztem Nano-Wolframoxid verbessert die Alterungsbeständigkeit erheblich, indem sie ultraviolette Strahlen (Absorptionsrate  $> 90 \%$ ) und Infrarotstrahlen blockiert, und eignet sich für Außenverpackungen und landwirtschaftliche Gewächshäuser.

##### **Röntgenabschirmmaterial aus hochreinem Nano-Wolframoxid.**

Nano-Wolframoxidpartikel mit hoher Dichte (Partikelgröße 30–100 nm) werden in medizinischer Schutzkleidung und Abschirmschichten für Nuklearanlagen verwendet, um das Risiko eines Strahlungsausstritts zu verringern.

#### **6. Erforschung neuer Bereiche für hochreines Nano-Wolframoxid**

##### **Hochreines Nano-Wolframoxid-Quantenpunktdisplay**

Nano-Wolframoxid wird als Quantenpunktträger verwendet, um einen Bildschirm mit hohem

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

Farbumfang und einer um 30 % gesteigerten Farbreinheit zu entwickeln, der für die nächste Generation von Ultra-High-Definition-Fernsehern geeignet ist.

#### **Flexible elektronische Haut aus hochreinem Nano-Wolframoxid**

kombiniert das flexible Substrat mit dem piezoelektrischen Effekt von Nano-Wolframoxid, um eine multimodale Signalwahrnehmung wie Berührung und Temperatur zu erreichen und wird in taktilen Feedbacksystemen von Robotern eingesetzt.

#### **Wasserstoffenergiekatalyse mit hochreinem Nano-Wolframoxid. Mit Metallen (wie Pt, Fe) dotiertes Nano-Wolframoxid wird als Katalysator für die Wasserstoffentwicklungsreaktion (HER) mit einer Stromdichte von 10 mA/**

cm<sup>2</sup> bei 200 mV in einer alkalischen Umgebung verwendet und fördert die groß angelegte Produktion von grünem Wasserstoff.

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT



## Anhang H: FAQ zu hochreinem Nano-Wolframoxid

### 1. Vorbereitung bezogen

#### F1: Wie wird die „hohe Reinheit“ von hochreinem Nano-Wolframoxid definiert?

A1 : Bezieht sich normalerweise auf eine Reinheit von  $\geq 99,9\%$ , einen Gehalt an Verunreinigungen (wie  $\text{Na}^+$ ,  $\text{K}^+$ ,  $\text{Cl}^-$ ) von  $< 10$  ppm und keine Dotierung mit anderen Metallen (sofern keine besonderen Prozessanforderungen vorliegen).

#### F2: Was sind die Vor- und Nachteile der hydrothermalen Methode und der Sol-Gel-Methode?

A2 :

**Hydrothermale Methode** : Die Partikelgröße ist gleichmäßig (20–50 nm), aber die Gerätekosten sind hoch (Hochdruckreaktor), geeignet für die Produktion kleiner Chargen.

**Sol-Gel-Methode** : Damit können poröse Strukturen (spezifische Oberfläche  $> 100$  m<sup>2</sup>/g) hergestellt werden, es können jedoch leicht organische Rückstände entstehen und zur Reinigung ist eine Hochtemperaturkalzinierung erforderlich.

#### F3: Wie kann die Agglomeration von Nanopartikeln verhindert werden?

A3 :

Oberflächenmodifizierung: Zugabe von Dispergiermitteln (wie PVP, PEG).

Trocknungsverfahren: Gefriertrocknung oder überkritische  $\text{CO}_2$ -Trocknung.

Nachbearbeitung: Kugelmahlen oder Ultraschall dispergierung.

### 2. Nachweis und Charakterisierung

#### F4: Im XRD-Test wurden keine offensichtlichen Beugungsspitzen gefunden. Was könnte die mögliche Ursache sein?

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

**A4 :**

Die Probe war amorph (z. B. ein nicht kalziniertes Sol-Gel-Produkt).

Die Partikelgröße ist zu klein (<5 nm), was zu einer Verbreiterung der Beugungsspitzen führt.

Falsche Instrumentenparameter (z. B. Scangeschwindigkeit zu hoch oder Schlitz zu breit).

**F5: Das Testergebnis der BET-spezifischen Oberfläche ist ungewöhnlich niedrig. Was kann ich dagegen tun?**

**A5 :**

Stellen Sie sicher, dass die Probe vollständig entgast ist (Temperatur  $\geq 200$  °C, Zeit > 6 h).

Vermeiden Sie das Verstopfen der Nanoporen (entfernen Sie die Vorlage oder Lösungsmittelreste während der Vorbehandlung vollständig).

Überprüfen Sie die Instrumentenkalibrierung (z. B. mithilfe eines Kieselgelstandards).

**F6: Warum besteht ein großer Unterschied zwischen der durch SEM beobachteten Partikelgröße und dem DLS-Ergebnis?**

**A6 :**

SEM beobachtet Partikel nur im trockenen Zustand, während DLS die hydratisierte Partikelgröße in der Lösung misst (die normalerweise größer ist).

Der Agglomerationseffekt führt zu falsch hohen DLS-Ergebnissen und nach der Ultraschalldispersion ist eine erneute Prüfung erforderlich.

### 3. Anwendungstechnik

**F7: Wie kann die Zyklenstabilität von Nano-Wolframoxid in Lithium-Ionen-Batterien verbessert werden?**

**A7 :**

Strukturelles Design: Bereiten Sie Kern-Schale-Strukturen (wie  $\text{WO}_3 @\text{C}$ ) vor, um eine Volumenausdehnung zu verhindern.

Elektrolytoptimierung: Fügen Sie filmbildende Additive (wie FEC) hinzu, um Nebenreaktionen zu reduzieren.

Dotierungsmodifikation: Einbringen von  $\text{Ti}^{4+}$  oder  $\text{Nb}^{5+}$  zur Stabilisierung des Kristallgitters.

**F8: Das elektrochrome Gerät hat eine langsame Reaktionsgeschwindigkeit. Wie kann dies verbessert werden?**

**A8 :**

Materialauswahl: Verwenden Sie violette Wolfram-Nanodrähte (VTO), um den Ionendiffusionsweg zu verkürzen.

Elektrolytoptimierung: Verwenden Sie einen Gelelektrolyten mit hoher Ionenleitfähigkeit (wie etwa PEO-  $\text{LiClO}_4$  ).

Schnittstellentechnik: ALD-Abscheidung ultradünner leitfähiger Schichten (wie z. B. ITO) zur

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT



Reduzierung der Schnittstellenimpedanz.

**F9: Was ist der mögliche Grund für die geringe Effizienz des photokatalytischen Abbaus?**

**A9 :**

Bandlückenfehlانpassung: Wählen Sie ein Dotiermaterial mit einer schmaleren Bandlücke (wie etwa N-WO<sub>3</sub> , E<sub>g</sub>≈2,4 eV).

Trägerrekombination: Aufbau von Heteroübergängen (wie WO<sub>3</sub> / TiO<sub>2</sub> ) zur Förderung der Ladungstrennung.

Unzureichende aktive Stellen: Zunahme der mesoporösen Struktur (Porendurchmesser 5–10 nm) oder Oberflächendefekte.

#### 4. Sicherheit und Lagerung

**F10: Ist Nano-Wolframoxid biologisch toxisch?**

**A10 :** Aktuelle Forschungsergebnisse zeigen, dass seine Toxizität geringer ist als die von Nano-ZnO oder TiO<sub>2</sub> , dennoch sollte das Einatmen oder der direkte Kontakt vermieden werden. Es wird empfohlen, bei der Arbeit eine N95-Maske und Nitrilhandschuhe zu tragen.

**F11: Wie kann man Oxidation oder Zerfließen bei langfristiger Lagerung verhindern?**

**A11 :**

Versiegelte Verpackung: Vakuumpfällung mit Stickstoff oder Verwendung eines Trockenmittels (z. B. Kieselgel).

Umweltkontrolle: Lagertemperatur <25 °C, Luftfeuchtigkeit <40 % relative Luftfeuchtigkeit.

Vor Licht schützen: In einer braunen Glasflasche lichtgeschützt aufbewahren.

#### 5. Kosten und Industrialisierung

**F12: Was ist der größte Kostenengpass bei der Großserienproduktion?**

**A12 :**

Rohstoffkosten: Hochreines APT (Ammoniumparawolframat ) ist teurer.

Energieverbrauch: Der Energieverbrauch des Hydrothermal-/Kalzinierungsprozesses macht 30–50 % der Produktionskosten aus.

Dispersionstechnologie: Um eine Agglomeration zu verhindern, sind spezielle Geräte (z. B. ein Hochdruckhomogenisator) erforderlich.

**F13: Wie kann der F&E-Zyklus verkürzt werden?**

**A13 :**

Hochdurchsatz-Screening: Kombiniert mit maschinellem Lernen zur Vorhersage optimaler Syntheseparameter (wie Temperatur, pH-Wert).

Standardisierter Prozess: Verwenden Sie modulare Reaktionsgeräte (wie Mikrofluidik-Chips), um den Übergang von Versuchen im kleinen Maßstab zu Versuchen im Pilotmaßstab zu beschleunigen.

**COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**

## VI. Grenzfragen

### F14: Kann Nano-Wolframoxid für Quantencomputer verwendet werden?

A14 : Derzeit in der Erkundungsphase könnten seine Sauerstoffleerstellen als Quantenbitträger verwendet werden, aber das Problem der kurzen Dekohärenzzeit ( $<1$  ns) muss gelöst werden.

### F15: Welche Anwendungsherausforderungen gibt es bei flexibler Elektronik?

A15 :

Mechanische Stabilität: Unzureichende Grenzflächenbindung zwischen Nanopartikeln und flexiblen Substraten wie PDMS.

Leitfähigkeitsverlust: Das leitfähige Netzwerk kann beim Biegen leicht zerstört werden und es müssen selbstheilende Verbundwerkstoffe entwickelt werden.

## 7. Tiefgreifende Optimierung des Vorbereitungsprozesses

### F16: Wie kann die Morphologie von Nano-Wolframoxid durch chemische Gasphasenabscheidung (CVD) präzise gesteuert werden?

A16 :

**Kontrollparameter :**

Temperaturgradient: Die Substrattemperatur (400–600 °C) bestimmt die Keimbildungsdichte (je höher die Temperatur, desto dichter die Partikel).

Gasverhältnis: Das  $WF_6 / O_2$ -Verhältnis steuert den Oxidationsgrad (ein niedriges Verhältnis neigt zur Entstehung von  $WO_{2.9}$ , während ein hohes Verhältnis  $WO_3$  erzeugt).

**Substratauswahl :** Einkristalline Silizium- oder Saphirsubstrate können gerichtetes Wachstum induzieren (wie z. B. Nanodraht-Arrays).

### F17: Wie können wir bei der Synthese poröser Strukturen mit der Template-Methode eine Kontamination durch Template-Rückstände vermeiden?

A17 :

**Harte Schablone (z. B.  $SiO_2$ ) :** Mit 5%iger HF-Lösung wegätzen. Die Ätzzeit muss kontrolliert werden ( $\leq 30$  min), um übermäßige Korrosion zu vermeiden.

**Weiche Vorlage (wie CTAB) :** Mehrere Ethanol-Zentrifugalwäschen ( $\geq 5$  Mal) kombiniert mit Hochtemperaturkalzinierung (500 °C, 2 Stunden) zum Zersetzen organischer Stoffe.

## 8. Erweiterte Analysetechniken

### F18: Wie kann die Sauerstoffleerstellenkonzentration mittels XPS quantitativ analysiert werden?

A18 :

**Peak-Anpassung :** Der O 1s-Peak wird in Gittersauerstoff (530,1 eV), Sauerstoffleerstellen (531,5 eV) und adsorbierten Sauerstoff (532,8 eV) zerlegt.

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

**Berechnungsverhältnis** : Sauerstoffleerstellenverhältnis = (Spitzenfläche der Sauerstoffleerstellen) / (Gesamt-Spitzenfläche des Sauerstoffs) × 100 %, der Fehler muss innerhalb von ±3 % liegen.

**F19: Wie lässt sich das Problem der Unschärfe der Gitterränder bei der Beobachtung mit TEM lösen?**

**A19 :**

**Probenvorbereitung** : Ultraschall-Dispergierzeit ≤ 10 Minuten, um Partikelbruch zu vermeiden.

**Bildgebungsparameter** : Es wurden ein Niedrigdosismodus (≤50 e<sup>-</sup> / Å<sup>2</sup>) und eine Beschleunigungsspannung von 200 kV ausgewählt.

**Nachbearbeitung** : Verwenden Sie FFT-Filter, um Rauschen zu entfernen und den Gitterkontrast zu verbessern.

## 9. Neue Anwendungsszenarien

**F20: Was ist der Leistungsengpass von Nano-Wolframoxid in Superkondensatoren?**

**A20 :**

**Geringe Leitfähigkeit** : Eine Kohlenstoffbeschichtung (z. B. Graphen-Verbundwerkstoff) kann die Leitfähigkeit auf 10<sup>2</sup> S/m erhöhen.

**Zyklusdämpfung** : Durch die Entwicklung einer dreidimensionalen porösen Struktur (Porengröße 2–5 nm) zur Entlastung der Ioneneinbettungsspannung bleibt die Kapazität nach 10 Zyklen zu >90 % erhalten.

**F21: Kann es für transparente leitfähige Filme (TCO) verwendet werden?**

**A21 :**

**Dotierungsoptimierung**: WO<sub>3</sub>- Film dotiert mit 5 % Mo, Durchlässigkeit für sichtbares Licht > 80 %, Schichtwiderstand < 50 Ω/sq (Dicke 100 nm).

**Flexible Anpassung**: WO<sub>3</sub> /Ag/WO<sub>3</sub>-Mehrschichtstruktur auf PET-Substrat gesputtert, Widerstandsänderung <5 % nach 500-maligem Biegen.

**F22: Welches Potenzial bietet die Photothermietherapie?**

**A22 :**

**Nahinfrarotabsorption** : Die photothermische Umwandlungseffizienz von blauem Wolfram (BTO) unter einem 808-nm-Laser beträgt 45 % und ist damit höher als die von Goldnanostäben (≈30 %).

**Biokompatibilität** : Nach der Oberflächenmodifizierung mit PEG betrug die Zellüberlebensrate >95 % (Konzentration ≤100 µg /ml).

## 10. Umwelt und Vorschriften

**F23: Wie geht man mit Nano-Wolframoxid-Abfällen um?**

**A23 :**

**Rückgewinnung durch Säureauflösung** : Nach der Auflösung mit konzentrierter HNO<sub>3</sub> (65 %) wird Wolfram durch Ionenaustausch extrahiert (Rückgewinnungsrate > 90 %).

### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

**Deponie für feste Abfälle** : erfordert eine Verfestigungsbehandlung (Zugabe von Materialien auf Zementbasis) und entspricht den „Hazardous Waste Landfill Pollution Control Standards“.

**F24: Welche Beschränkungen gelten für Nano-Wolframoxid gemäß der EU-REACH-Verordnung?**

**A24 :**

**Registrierung** : Bei einer Jahresproduktion von  $\geq 1$  Tonne ist die Einreichung von Sicherheitsdaten zu Nanomaterialien (einschließlich toxikologischer Bewertung) erforderlich.

**Kennzeichnung** : Die Verpackung muss mit „Nano“ (Partikelgröße  $< 100$  nm) gekennzeichnet sein und Sicherheitsdatenblätter enthalten.

## 11. Besondere Prozessherausforderungen

**F25: Wie erreicht man eine monodisperse und kontinuierliche Produktion von Nano-Wolframoxid?**

**A25 :**

**Mikrofluidtechnologie** : Verwendung eines T-Kanal-Reaktors (Flussratenverhältnis 1:3), Echtzeitkontrolle von pH-Wert und Temperatur und Abweichung der ausgegebenen Partikelgröße  $< \pm 5$  %.

**Automatisierte Steuerung** : Integrierte Online-DLS-Überwachung und Feedback-Anpassung von Reaktionsparametern (wie z. B. Ultraschallleistung).

**F26: Wie kann das Sintern von Partikeln durch Kalzinierung bei hohen Temperaturen vermieden werden?**

**A26 :**

**Erhitzung in Stufen** : 2 Stunden bei  $300$  °C vorbrennen (um organische Stoffe zu entfernen), dann auf Zieltemperatur (z. B.  $600$  °C) erhöhen.

**Schutz der Atmosphäre** : Kalzinierung in Ar /H<sub>2</sub>-Gasgemisch (95/5), um eine übermäßige Ansammlung von Sauerstoffleerstellen an der Oberfläche zu verhindern.

## 12. Interdisziplinäre Integration

**F27: Wie unterstützt KI das Reverse Design von Nano-Wolframoxid?**

**A27 :**

**Datengetriebene Modellierung** : Ein neuronales Netzwerk wird auf Basis einer Literaturliteraturdatenbank trainiert, um die Auswirkung von Dotierungselementen auf die Bandlücke vorherzusagen (Fehler  $< 0,1$  eV).

**Hochdurchsatzexperimente** : In Kombination mit einer Roboterplattform können jede Woche mehr als 100 Synthesbedingungen (wie pH- und Temperaturkombinationen) gescreent werden.

**F28: Welche Rolle spielt es in Perowskit-Solarzellen?**

### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

A28 :

**Lochtransportschicht** :  $\text{WO}_3$ -NPs ersetzen Spiro- OMeTAD und die Geräteeffizienz stieg von 18 % auf 21 % (Stabilität > 1000 h).

**Grenzflächenpassivierung** : Unterdrückung von Defekten in der Perowskitschicht und Verringerung der nichtstrahlenden Rekombination.

### 13. Anwendung unter extremen Bedingungen

**F29: Wie stabil ist Nano-Wolframoxid in Umgebungen mit hohen Temperaturen (> 800 °C)?**

A29 :

**Risiko eines Phasenübergangs** : Die monokline Phase (m- $\text{WO}_3$ ) wandelt sich oberhalb von 800 °C in die tetragonale Phase (t- $\text{WO}_3$ ) um, was zu einer Leistungsminderung führt.

**Lösung** : Eine  $\text{Al}_2\text{O}_3$  -Beschichtung (Dicke 2–5 nm) kann den Phasenübergang auf 1000 °C verzögern.

**F30: Kann es zum Strahlenschutz von Weltraumsonden verwendet werden?**

A30 :

**Materialeigenschaften mit hoher Z-Zahl** : Die Ordnungszahl von Wolfram ( $Z=74$ ) kann Röntgen-/Gammastrahlen wirksam absorbieren (der Dämpfungskoeffizient ist 20 % höher als der von Blei).

**Leichtbauweise** : Die nanoporöse Struktur (Porosität > 50 %) reduziert das Gewicht um 40 % bei gleicher Abschirmeffizienz.

### 14. Markt und Vermarktung

**F31: Wie hoch ist derzeit die Marktpreisspanne für Nano-Wolframoxid?**

A31 :

**Laborqualität** : Reinheit 99,9 %, Partikelgröße 50 nm, ca. 200–500 \$/g (Bestellung nach Gramm).

**Industriequalität** : Reinheit 99 %, Partikelgröße 100–200 nm, etwa 50–100 USD/kg (Kauf auf Tonnenebene).

**F32: Welche Unternehmen haben Nano-Wolframoxid industriell hergestellt?**

A32 :

**International** : Inframat aus den USA, Showa Denko aus Japan.

**Inland** : CTIA GROUP, China Tungsten High-Tech.

### 15. Zukunftsausblick für Technologien

**F33: Welche potenziellen Anwendungen gibt es für Nano-Wolframoxid in der 6G-Kommunikation?**

A33 :

#### COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT

**Terahertz-Modulator** : Nutzt seine nichtlineare optische Reaktion, um eine Hochgeschwindigkeitsmodulation von Signalen im 6G-Frequenzband (0,1–1 THz) zu erreichen.

**Materialien zur Wärmeregulierung** : Eine hohe Wärmeleitfähigkeit ( $\approx 30 \text{ W/m}\cdot\text{K}$ ) wird verwendet, um die Wärme von den Chips der Basisstationen abzuleiten und die Zuverlässigkeit der Geräte zu verbessern.

**F34: Was sind die neuesten Durchbrüche bei gehirnnähnlichen Geräten?**

**A34 :**

**Pulsierende neuronale Netzwerke** :  $\text{WO}_3$ -Memristor-Arrays erreichen eine Genauigkeit von über 95 % bei der Erkennung handschriftlicher Ziffern (der Stromverbrauch ist drei Größenordnungen niedriger als bei CMOS).

**Mehrzustandsspeicher** : Durch die Regulierung des Sauerstoffleerstellengradienten kann ein einzelnes Gerät 32 Widerstandszustände erreichen (5-Bit-Speicher).

## 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 <sup>2</sup> / 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	$\leq 10$	Affects conductivity and optical properties, requires pickling or magnetic separation control
Sodium	$\leq 5$	Source: Sodium tungstate, affects the lattice and electrochromic properties, removed by ion exchange
Molybdenum	$\leq 10$	Tungsten ore is associated with tungsten, which affects the catalytic activity and needs to be refined and purified
Silicon	$\leq 5$	Source quartz equipment, affects particle uniformity, requires high-purity equipment
Aluminum	$\leq 5$	Source container, affects thermal stability, needs to avoid contamination
Calcium	$\leq 5$	Affects the stability of the crystal phase and requires precursor purification
Magnesium	$\leq 5$	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 $\leq 1$ 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](mailto: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](http://www.ctia.com.cn)

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



  
www.chinatungsten.com

  
www.chinatungsten.com

en.com

www.ch

  
www.chinatungsten.com

  
www.chinatungsten.com

  
www.chinatungsten.com

  
www.chinatungsten.com

1

  
www.chinatun

  
www.chinatungsten.com

  
www.chinatungsten.com

**COPYRIGHT AND LEGAL LIABILITY STATEMENT**

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

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