ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

**ГОСТ Р 59465— 2021/ IEC TS 62607-4-8:2020**

# Производство нанотехнологическое

# КОНТРОЛЬ ОСНОВНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК

## Часть 4-8

# Наноматериалы электродные для устройств накопления электрической энергии. Определение содержания воды кулонометрическим титрованием по методу Карла Фишера

**(IEC TS 62607-4-8:2020, Nanomanufacturing — Key control characteristics — Part 4-8: Nano-enabled electrical energy storage — Determination of water content in electrode nanomaterials, Karl Fischer method, IDT)**

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2021

gost.e-ecolog.ru

## Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Национальной ассоциацией производителей источников тока «РУСБАТ» (Ассоциация «РУСБАТ») на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии документа, указанного в пункте 4, и Федеральным государственным унитарным предприятием «Российский научно-технический центр информации по стандартизации, метрологии и оценке соответствия» (ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»)

2 ВНЕСЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 044 «Аккумуляторы и батареи»

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 27 апреля 2021 г. № 301-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному документу IEC TS 62607-4-8:2020 «Производство нанотехнологическое. Контроль основных характеристик. Часть 4-8. Накопители электрической энергии на наноматериалах. Определение содержания воды для электродных наноматериалов методом Карла Фишера» (IEC TS 62607-4-8:2020 «Nanomanufacturing — Key control characteristics — Part 4-8: Nano-enabled electrical energy storage — Determination of water content in electrode nanomaterials, Karl Fischer method», IDT).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ Р 1.5—2012 (пункт 3.5).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им национальные стандарты, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в статье 26 Федерального закона от 29 июня 2015 г. № 162-ФЗ «О стандартизации в Российской Федерации». Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© IEC, 2020 — Все права сохраняются
© Стандартинформ, оформление, 2021

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

## Содержание

1 Область применения . . . . . 1
2 Нормативные ссылки . . . . . 1
3 Термины и определения . . . . . 1
4 Сущность метода . . . . . 2
5 Реактивы . . . . . 2
5.1 реактив Карла Фишера . . . . . 3
5.2 Метанол . . . . . 3
5.3 Газ-носитель . . . . . 3
5.4 Содержание воды в стандартных растворах . . . . . 3
6 Оборудование . . . . . 3
6.1 Автоматический титратор . . . . . 3
6.2 Испаритель воды . . . . . 4
6.3 Аналитические весы . . . . . 4
6.4 Контейнер для пробы . . . . . 4
6.5 Шприцы . . . . . 4
6.6 Гигрометр . . . . . 4
7 Отбор и подготовка проб . . . . . 4
7.1 Общие требования . . . . . 4
7.2 Отбор и подготовка проб . . . . . 4
8 Проведение испытания . . . . . 5
8.1 Подготовка оборудования . . . . . 5
8.2 Выполнение измерений . . . . . 5
8.3 Обработка результатов . . . . . 5
9 Точность метода . . . . . 6
9.1 Общие положения . . . . . 6
9.2 Повторяемость метода . . . . . 6
9.3 Воспроизводимость метода . . . . . 6
10 Протокол испытания . . . . . 6
Приложение А (справочное) Пример проведения испытания . . . . . 7
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным стандартам . . . . . 9
Библиография . . . . . 10

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

**Производство нанотехнологическое**

**КОНТРОЛЬ ОСНОВНЫХ ХАРАКТЕРИСТИК**

**Часть 4-8**

# Наноматериалы электродные для устройств накопления электрической энергии. Определение содержания воды кулонометрическим титрованием по методу Карла Фишера

Nanomanufacturing. Key control characteristics. Part 4-8. Electrode nanomaterials for electrical energy storage devices. Determination of water content by Karl Fischer coulometric titration

**Дата введения — 2022—03—01**

## 1 Область применения

Настоящий стандарт является частью серии стандартов IEC 62607, распространяется на электродные наноматериалы, применяемые для изготовления устройств накопления электрической энергии, и устанавливает метод определения содержания воды кулонометрическим титрованием по методу Карла Фишера.

Настоящий стандарт устанавливает требования к отбору проб, испытательному оборудованию, обработке результатов, а также содержит пример проведения испытания (см. приложение А).

Примечание — Точность метода — 0,0001 %. Настоящий стандарт устанавливает метод определения воды в диапазоне от 0,01 % до 1 %.

Настоящий стандарт не распространяется на электродные наноматериалы, которые могут вступать в реакцию с основными компонентами реактива Карла Фишера с выделением воды и с йодом или йодид-ионом.

## 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие международные стандарты. Для датированных ссылок применяют только указанное издание ссылочного стандарта, для недатированных — последнее издание (включая все изменения).

ISO 760, Determination of water — Karl Fischer method (General method) [Определение воды. Метод Карла Фишера (Общий метод)]

ISO 12492, Rubber, raw — Determination of water content by Karl Fischer method (Каучук сырой. Определение содержания воды методом Карла Фишера)

## 3 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями.

ИСО и МЭК ведут терминологические базы данных для использования в стандартизации по следующим адресам:

- Электроледия МЭК, которая размещена на http://www.electropedia.org/;
- платформа онлайн-просмотра ИСО, которая размещена на gost.e-ecolog.ru.

3.1 **нанодиапазон** (nanoscale): Диапазон линейных размеров приблизительно от 1 до 100 нм.

Примечание — Уникальные свойства нанообъектов проявляются преимущественно в пределах данного диапазона.

[ISO/TS 80004-1:2015 [4], статья 2.1]

3.2 **наноматериал** (nanomaterial): Твердый или жидкий материал, полностью или частично состоящий из структурных элементов, размер которых хотя бы по одному измерению находится в нанодиапазоне.

**Издание официальное**

Примечание — Наноматериал является общим термином для таких понятий, как «совокупность нанообъектов» и «наноструктурированный материал».

[ISO/TS 80004-1:2015 [4], статья 2.4]

3.3 **электродный наноматериал** (electrode nanomaterial): Материал, содержащий фракцию наноматериала и применяемый в устройстве накопления электрической энергии, функциональные или рабочие характеристики которого достигнуты за счет применения нанотехнологий, например литий-ионный аккумулятор или суперконденсатор.

Примечание — В настоящем стандарте термин применим к материалам в форме порошка, применяемым в качестве сырья (например, LCO, NCA, NCM и LFP) без каких-либо добавок (например, углеродных наноматериалов, таких как технический углерод (ТУ), углеродные нанотрубки или волокна) или органического связующего (например, ПВДФ или SBR).

[IEC TS 62607-4-3:2015 [5], статья 3.1.1]

3.4 **содержание воды** (water content): Массовая доля воды в процентах, определенная в соответствии с методом, установленным в настоящем стандарте.

[ISO 8534:17 [6], статья 3.1, определение термина изменено: словосочетание «масса в граммах на 100 г образца» заменено на «массовая доля в процентах»]

3.5 **точка росы** (dew-point): Температура, при которой давление пара во влажном газе равно давлению насыщенного пара над чистой поверхностью жидкости или при которой газ конденсируется в жидкость при охлаждении газа.

[ISO 7183:2007 [7], статья 3.7]

## 4 Сущность метода

Метод Карла Фишера основан на селективной и количественной реакции воды ($H_2O$) с йодом ($I_2$) и диоксидом серы ($SO_2$) в присутствии спирта, например метанола ($CH_3OH$), и органического основания (RN) с образованием иона йодида ($I^-$):

$$H_2O + I_2 + SO_2 + 3RN \rightarrow 2\,(RN + H)\,I^- + RN{\cdot}SO_3. \quad (1)$$

$$RN{\cdot}SO_3 + CH_3OH \rightarrow (RN + H){\cdot}SO_4{\cdot}CH_3. \quad (2)$$

При титровании йодид ($I^-$) электрохимически окисляется с образованием йода ($I_2$), который вступает в реакцию с водой в пробе, см. (1) и (2). Реакция завершается, когда вся имеющаяся вода прореагировала, что соответствует достижению конечной точки титрования.

Количество воды в пробе вычисляют путем измерения тока, необходимого для электрохимического образования йода ($I_2$) из йодида ($I^-$), в соответствии с реакцией, выраженной формулой

$$2I^- \rightarrow I_2 + 2e^-. \quad (3)$$

В соответствии с законом Фарадея, см. формулу (4), количество вырабатываемого йода пропорционально пропущенному количеству электричества (электрического заряда). По стехиометрии реакции один моль йода реагирует с одним молем воды, см. формулу (1). Следовательно, 1 моль воды (18 г) соответствует прохождению 2·96500 Кул или 10722 Кул на 1 г $H_2O$. Основываясь на данном принципе, можно определить количество воды $m$, г, по количеству пропущенного электрического заряда $Q$, Кул, по формуле (5):

$$m = KQ, \quad (4)$$

$$m = \frac{18}{2 \cdot 96500} \cdot Q = \frac{1}{10722} \cdot Q, \quad (5)$$

где $K$ — константа пропорциональности (электрохимический эквивалент).

## 5 Реактивы

Для испытания применяют реактивы соответствующих чистоты и качества.

### 5.1 Реактив Карла Фишера

Применяют стандартные реактивы для кулонометрического титрования по методу Карла Фишера в соответствии с ИСО 760.

### 5.2 Метанол

Метанол чистотой не менее 99,9 % масс. и содержанием воды не более 0,1 % масс. (рекомендуется менее 0,05 % масс.).

### 5.3 Газ-носитель

Для испытания применяют предварительно осушенный газ-носитель (например, газообразный азот) чистотой не менее 99,999 % об.

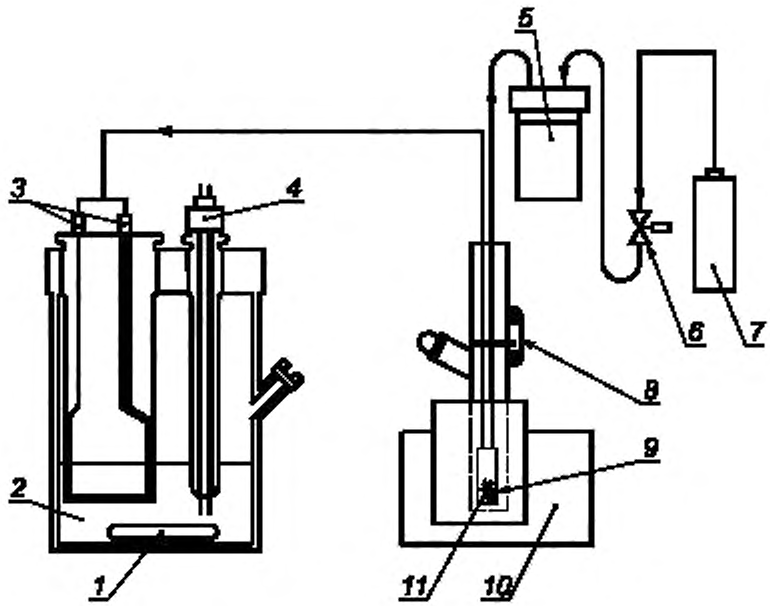
### 5.4 Содержание воды в стандартных растворах

Для испытания применяют стандартные растворы с содержанием воды не более с 0,1 % масс.

## 6 Оборудование

### 6.1 Автоматический титратор

Для испытания применяют автоматический титратор, состоящий из ячейки для титрования, платиновых электродов, магнитной мешалки и блока управления. Примерная схема автоматического титратора для кулонометрического титрования по методу Карла Фишера приведена на рисунке 1.




*1* — магнитная мешалка, *2* — ячейка для титрования; *3* — платиновые электроды для контролируемого получения йода ($I_2$); *4* — сдвоенный платиновый электрод для определения конечной точки титрования, *5* — емкость для поглощения влаги, *6* — регулятор потока газа-носителя; *7* — газ-носитель, *8* — устройство для внесения пробы; *9* — контейнер для пробы; *10* — сушильная печь, *11* — проба

Рисунок 1 — Примерная схема автоматического титратора для кулонометрического титрования по методу Карла Фишера

### 6.2 Испаритель воды

Испаритель воды (см. рисунок 1) состоит из сушильной печи (10) с возможностью нагревания до температуры 300 °С, блока контроля температуры (на рисунке не отмечен), регулятора потока газа-носителя (6) и емкости для осушивания газа-носителя (5), содержащей осушитель. Элементы испарителя воды приведены на рисунке 1.

### 6.3 Аналитические весы

Для измерения массы пробы применяют аналитические весы точностью до 0,0001 г и с максимальной массой взвешивания, которая превышает массу контейнера для проб (6.4) с пробой.

Перед использованием весы следует откалибровать.

### 6.4 Контейнер для пробы

В качестве контейнера для пробы используют герметично закрывающуюся стеклянную банку. Перед испытанием пустую банку тщательно очищают и выдерживают в вакуумной сушильной камере при температуре (40 ± 5) °С.

### 6.5 Шприцы

Для введения реактива Карла Фишера (5.1) и стандартных растворов (5.4) используют стеклянные шприцы объемом 5 или 10 мл. Перед испытанием стеклянные шприцы тщательно очищают и выдерживают в вакуумной сушильной камере при температуре (40 ± 5) °С (6.4).

### 6.6 Гигрометр

Для измерения точки росы применяют гигрометр с диапазоном измерений, включающим предполагаемую температуру точки росы.

## 7 Отбор и подготовка проб

### 7.1 Общие требования

a) Испытуемый наноматериал должен быть защищен от окружающей влаги, то есть его оригинальная упаковка не должна быть повреждена или заменена во время транспортирования или хранения.

b) Температуру точки росы в испытательном помещении во время отбора и подготовки проб (в соответствии с настоящим разделом), проведения испытаний (см. раздел 8) следует поддерживать на уровне ниже минус 20 °С.

### 7.2 Отбор и подготовка проб

a) На испытание должен быть представлен неповрежденный электродный наноматериал, не изменивший свои характеристики во время транспортирования или хранения. Рекомендуемая масса пробы — 0,01—1,00 г. Масса пробы должна соответствовать определяемому содержанию воды (см. таблицу 1). Испытуемую пробу сразу после взвешивания помещают в контейнер для проб, подготовленный в соответствии с 6.4, и герметично закрывают. Массу испытуемой пробы, *M*, регистрируют в протоколе. Не допускается открывать стеклянную банку после помещения в нее пробы.

Таблица 1 — Соответствие массы пробы и определяемого содержания воды

| Содержание воды, % | Масса пробы, г |
|---|---|
| 1,00 | 0,01—0,10 |
| 0,10 | 0,10—1,00 |
| 0,01 | более 1,00 |

b) В качестве холостых проб используют три чистые пустые герметично закрывающиеся стеклянные банки. Холостые пробы должны быть подготовлены в тех же условиях, что и испытуемые пробы.

## 8 Проведение испытания

### 8.1 Подготовка оборудования

#### 8.1.1 Замена растворов

Растворы следует заменить, если:

a) емкость реактива[1)] исчерпана;

b) наблюдается высокая фоновая скорость титрования.

Если фоновая скорость титрования составляет более 4 мкг/мин без включения сушильной печи или более 10 мкг/мин с включенной сушильной печью, следует встряхнуть резервуар для титрования. Для обеспечения требуемой точности титрования фоновая скорость титрования не должна превышать максимальных значений, установленных изготовителем титратора с учетом определяемого количества воды;

c) до и во время испытания прибор показывает сообщение об ошибке.

#### 8.1.2 Очистка

Электроды и камеру для титрования очищают в соответствии с инструкциями изготовителя титратора. После очистки все элементы титратора тщательно высушивают. Для высушивания элементов титратора допускается использовать воздуходувку для подачи горячего воздуха. Если элементы титратора высушивают в печи, то температура нагрева не должна превышать 70 °С.

#### 8.1.3 Калибровка

Автоматический титратор калибруют в соответствии с ИСО 12492.

### 8.2 Выполнение измерений

a) Включают автоматический титратор в соответствии с инструкциями изготовителя и запускают магнитную мешалку для плавного перемешивания. Выполняют титрование остаточной влаги в емкости для титрования до достижения конечной точки. Стабилизируют титратор не менее 30 мин. В течение периода стабилизации испаритель воды (6.2) и емкость для титрования продувают газом-носителем (5.3). Температуру испарителя воды поддерживают на уровне 200 °С.

b) После стабилизации титратора холостые пробы (7.2) помещают в печь для высушивания в соответствии с инструкциями изготовителя титратора. Далее выполняют титрование до достижения конечной точки. Массу оттитрованной воды в холостой пробе регистрируют в протоколе.

Примечание — Результат испытания холостых проб — это среднее значение трех испытаний, $\overline{m}_0$. Если относительное стандартное отклонение массы оттитрованной воды по результатам испытаний трех холостых проб составляет более 8 %, то отбор и подготовка проб выполнены в ненадлежащих условиях. Условия окружающей среды помещения, в котором выполняют отбор и подготовку проб, должны быть откорректированы.

c) Помещают контейнер с пробой в печь для высушивания в соответствии с инструкциями изготовителя титратора. Далее выполняют титрование до достижения конечной точки. Массу оттитрованной воды, $m$, регистрируют в протоколе.

d) Для получения точных результатов следует выполнить не менее трех измерений. Результат измерений каждой пробы, $w_{H_2O,i}$ ($i$ = 1, 2, 3,..., $n$), регистрируют в протоколе.

Фоновые эффекты и/или другие факторы, влияющие на результат испытания, могут быть компенсированы автоматически или устранены вручную в соответствии с рекомендациями изготовителя титратора.

### 8.3 Обработка результатов

Содержание воды в каждой испытуемой пробе, $w_{H_2O}$, вычисляют по формуле

$$w_{H_2O,1} = \frac{m - \overline{m}_0}{M} \cdot 100\%, \quad (6)$$

где $w_{H_2O,1}$ — содержания воды в первой пробе, %;

$\overline{m}_0$ — среднее значение массы оттитрованной воды в холостых пробах, г;

---

[1)] Емкость реактива — остаточное количество активных веществ в пространстве ячейки, между платиновыми электродами (см. рисунок 1, *3*) для контролируемого получения йода, достаточного для реакции со всем количеством воды в пробе.

$m$ — измеренная масса оттитрованной воды в испытуемой пробе, г;

$M$ — масса испытуемой пробы, г.

Вычисляют значение содержания воды для каждой испытуемой пробы.

Результатом испытания является среднее арифметическое значение результатов $n$ измерений. Содержание воды в испытуемом электродном наноматериале $\overline{w}_{H_2O}$, %, вычисляют по формуле

$$\overline{w}_{H_2O} = \frac{\sum_{i=1}^{n} w_{H_2O,i}}{n}, \quad (7)$$

где $i$ — номер измерения, $i = 1, \ldots, n$.

Пример проведения испытания на пробах нано-литий фосфата железа приведен в приложении А.

## 9 Точность метода

### 9.1 Общие положения

Значения повторяемости и воспроизводимости определяют в соответствии с установленными требованиями, например в [8] и [9].

### 9.2 Повторяемость метода

Стандартное отклонение независимых результатов трех испытаний, полученных одним и тем же методом на идентичных наноматериалах в одной и той же лаборатории одним и тем же оператором, использующим одно и то же испытательное оборудование, за короткий промежуток времени, должно быть менее 2 %.

Если стандартное отклонение превышает указанное значение, то испытание повторяют.

### 9.3 Воспроизводимость метода

Относительное стандартное отклонение результатов испытаний, полученных с использованием одного и того же метода на идентичных наноматериалах в двух разных лабораториях разными операторами, использующими разное испытательное оборудование, должно быть не более 5 %.

## 10 Протокол испытания

Протокол испытаний должен содержать как минимум следующую информацию:

a) сведения, необходимые для идентификации испытуемого электродного наноматериала, например:
- уникальный идентификационный номер наноматериала,
- описание наноматериала и наименование изготовителя,
- способ приготовления пробы,
- дата отбора проб;

b) используемый метод испытания со ссылкой на настоящий стандарт;

c) параметры испытания, включая:
- температуру окружающей среды при проведении испытания,
- температуру точки росы в месте проведения испытания,
- дополнительную информацию, которая может повлиять на результаты испытания;

d) результаты испытаний (см. таблицу А.1):
- номер испытуемой пробы,
- результаты холостых испытаний,
- результаты испытаний проб электродного наноматериала,
- средние значения и стандартное отклонение;

f) дату испытания.

**Приложение А**
**(справочное)**

## Пример проведения испытания[1)]

### А.1 Общие положения

В настоящем приложении приведен пример определения содержания воды в нано-литий фосфате железа (нано-$LiFePO_4$) кулонометрическим титрованием по методу Карла Фишера.

### А.2 Реактивы

**А.2.1 Реактив Карла Фишера**
Реактив Карла Фишера KFR-C20.
**А.2.2 Метанол**
Метанол чистотой 99,9 %.
**А.2.3 Газ-носитель**
Газообразный азот чистотой 99,999 %.
**А.2.4 Содержание воды в стандартных растворах**
Стандартные растворы с содержанием воды не более 0,1 %.

### А.3 Оборудование

**А.3.1 Автоматический титратор**
Автоматический титратор для кулонометрического титрования Карла Фишера 831.
**А.3.2 Испаритель воды**
Испаритель воды Thermoprep 860 KF.
**А.3.3 Аналитические весы**
Аналитические весы точностью 0,0001 г.
**А.3.4 Контейнеры для проб**
Герметично закрывающиеся стеклянные банки.
**А.3.5 Шприц**
Шприц объемом 5 мл.
**А.3.6 Гигрометр**
Гигрометр, обеспечивающий измерение температуры точки росы минус 20 °С.

### А.4 Отбор проб

А.4.1 В помещении при температуре точки росы минус 20 °С отбирают и взвешивают три пробы массой 0,3—0,7 г, помещают их в стеклянные банки, герметично закрывают (рисунок А.1) и помечают банки как $M_1$, $M_2$ и $M_3$.

А.4.2 В качестве холостых проб используют три чистые пустые герметично закрывающиеся стеклянные банки (холостые пробы 1—3) и помещают их в испытательную комнату. Холостые пробы подготавливают в тех же условиях, что и испытуемые пробы.

### А.5 Выполнение измерений

А.5.1 Включают автоматический титратор и запускают магнитную мешалку для плавного перемешивания. Стабилизируют титратор в течение 30 мин. Выполняют титрование остаточной влаги в емкости для титрования до достижения конечной точки. В течение периода стабилизации продувают испаритель влаги и емкость для титрования газом-носителем. В испарителе воды поддерживают температуру 200 °С.

А.5.2 После стабилизации титратора помещают холостые пробы (холостые пробы 1—3) в сушильную печь. Выполняют титрование до достижения конечной точки. Массу оттитрованной воды в каждой холостой пробе регистрируют в протоколе, далее вычисляют среднее значение ($\overline{m}_0$).

А.5.3 Помещают контейнер с испытуемой пробой в сушильную печь в соответствии с инструкциями изготовителя титратора. Выполняют титрование до достижения конечной точки. В протоколе регистрируют значения массы оттитрованной воды, $m_1$, $m_2$ и $m_3$.

---

[1)] В настоящем приложении приведены примеры подходящих для испытания материалов и оборудования, доступных на рынке. Данная информация приведена для удобства пользования настоящим стандартом и не является одобрением указанных продуктов со стороны МЭК.



Рисунок А.1 — Контейнер с пробой

**А.6 Обработка результатов**

Содержание воды в нано-литий фосфате железа вычисляют по формулам (6) и (7).

Таблица А.1 — Результаты испытания по определению содержания воды в наноматериале А

| № | Наноматериал | Масса пробы $M$, г | Масса оттитрованной воды $m$, г | Среднее значение результатов на холостых пробах $\overline{m}_0$, г | Содержание воды, % | | | |
|---|---|---|---|---|---|---|---|---|
| | | | | | Определенное значение $w_{H_2O}$, % | Среднее значение $\overline{w}_{H_2O}$, % | Стандартное отклонение, % | Относительное стандартное отклонение $\sigma_{rel}$, % |
| 1 | А | 0,3125 | $1,3166\times10^{-4}$ | $2,101\times10^{-5}$ | 0,03541 | 0,03579 | 0,000371 | 1,0 |
| 2 | | 0,5241 | $2,1046\times10^{-4}$ | | 0,03615 | | | |
| 3 | | 0,4514 | $1,8269\times10^{-4}$ | | 0,0382 | | | |

Полученное значение содержания воды в наноматериале А, $w_{H_2O}$,%, составляет:

$$w_{H_2O\,1} = \frac{m_1 - \overline{m}_0}{M_1} \cdot 100\,\% = \frac{1,3166 \cdot 10^{-4} - 2,101 \cdot 10^{-5}}{0,3125} \cdot 100\,\% = 0,03541\,\%,$$

$$w_{H_2O\,2} = \frac{m_2 - \overline{m}_0}{M_2} \cdot 100\,\% = \frac{2,1046 \cdot 10^{-4} - 2,101 \cdot 10^{-5}}{0,5241} \cdot 100\,\% = 0,03615\,\%,$$

$$w_{H_2O\,3} = \frac{m_3 - \overline{m}_0}{M_3} \cdot 100\,\% = \frac{1,8269 \cdot 10^{-4} - 2,101 \cdot 10^{-5}}{0,4514} \cdot 100\,\% = 0,03582\,\%.$$

Содержание воды в образце А, $\overline{w}_{H_2O}$, %:

$$\overline{w}_{H_2O} = \frac{\sum_{i=1}^{3} w_{H_2O,i}}{3} = \frac{0,03541 + 0,03615 + 0,03582}{3} = 0,035793.$$

Стандартное отклонение (σ):

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{3} \left(w_{H_2O} - \overline{w}_{H_2O}\right)^2}{n-1}} = 0,000371\,\%.$$

Относительное стандартное отклонение ($\sigma_{rel}$):

$$\sigma_{rel} = \frac{\sigma}{\overline{w}_{H_2O}} \cdot 100\,\% = \frac{0,000371}{0,035793} \cdot 100\,\% = 1,0\,\%.$$

**Приложение ДА**
**(справочное)**

## Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным стандартам

Таблица ДА.1

| Обозначение ссылочного международного стандарта | Степень соответствия | Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта |
|---|---|---|
| ISO 760 | — | * |
| ISO 12492 | — | * |
| * Соответствующий национальный стандарт отсутствует. До его принятия рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта. | | |

## Библиография


[1] Marino, C., et al. "Interface and Safety Properties of Phosphorus-Based Negative Electrodes in Li-Ion Batteries." Chemistry of Materials 29.17(2017):7151-7158 (Марино К. и др. «Свойства интерфейса и безопасности отрицательных электродов на основе фосфора в литий-ионных батареях»)

[2] Xu, Chao, et al. "Interface layer formation in solid polymer electrolyte lithium batteries: an XPS study." Journal of Materials Chemistry 2.20 (2014): 7256-7264 (Сюй, Чао и др. «Формирование интерфейсного слоя в литий-полимерных электролитных батареях: исследование XPS»)

[3] Rodriguez, Erwin F., et al. "N-doped Li4Ti5O12 nanoflakes derived from 2D protonated titanate for high performing anodes in lithium ion batteries." Journal of Materials Chemistry 4.20 (2016): 7772-7780 (Родригес, Эрвин Ф. и др. «N-легированные нанофлаки Li4Ti5O12, полученные из 2D протонированного титаната для высокоэффективных анодов в литий-ионных батареях»)

[4] ISO/TS 80004-1:2015 Nanotechnologies — Vocabulary — Part 1: Core terms (Нанотехнологии. Словарь. Часть 1. Основные термины)

[5] IEC TS 62607-4-3:2015 Nanomanufacturing — Key control characteristics — Part 4-3: Nano-enabled electrical energy storage — Contact and coating resistivity measurements for nanomaterials (Нанопроизводство. Основные характеристики управления. Часть 4-3. Накопительное хранение электрической энергии с нанотехнологиями. Измерение удельного сопротивления контакта и покрытия для наноматериалов)

[6] ISO 8534:2017 Animal and vegetable fats and oils — Determination of water content — Karl Fischer method (pyridine free) [Жиры и масла животные и растительные. Определение содержания воды. Метод Карла Фишера (без пиридина)]

[7] ISO 7183:2007 Compressed-air dryers — Specifications and testing (Сушилки сжатым воздухом. Технические условия и испытания)

[8] ISO 5725-1 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 1: General principles and definitions [Точность (правильность и точность) методов измерения и результатов). Часть 1. Общие принципы и определения]

[9] ISO 5725-2 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method [Точность (правильность и точность) методов и результатов измерения. Часть 2. Базовый метод определения повторяемости и воспроизводимости стандартного метода измерения]

УДК 621.355.9
544.5:006.354

ОКС 07.030
07.120

Ключевые слова: производство нанотехнологическое, электродные наноматериалы, содержание воды, устройства накопления электрической энергии, кулонометрическое титрование по методу Карла Фишера

Редактор *Г.Н. Симонова*
Технический редактор *И.Е. Черепкова*
Корректор *Л.С. Лысенко*
Компьютерная верстка *Е.О. Асташина*

Сдано в набор 28.04.2021. Подписано в печать 12.05.2021. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л 1,86. Уч.-изд. л 1.60.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru