

НИОБИЯ ПЯТИОКИСЬ

Метод определения массовой доли
пятиокиси тантала

Niobium pentoxide
Method for the determination of
pentoxide tantalum content

ГОСТ
18184.4—79

Взамен
ГОСТ 18184.4—72

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 11 мая 1979 г. № 1695 срок действия установлен

с 01.01. 1981 г.
до 01.01. 1986 г.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону

Настоящий стандарт распространяется на пятиокись ниобия и устанавливает экстракционно-фотометрический метод определения массовой доли пятиокиси тантала от 0,06 до 0,45%.

Метод основан на экстракции фторотанталата кристаллического фиолетового смесью толуола и ацетона из сульфатно-тарtratной среды и фотометрировании экстракта.

1. ОБЩИЕ ТРЕБОВАНИЯ

1.1. Общие требования — по ГОСТ 18184.0—79

2. АППАРАТУРА, РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Фотоэлектроколориметр типа ФЭК-60 или прибор аналогичного типа.

Печь муфельная с терморегулятором на температуру 800—850°C.

Весы аналитические.

Цилиндры кварцевые с притертыми пробками вместимостью 80 мл.

Пробирки стеклянные с притертыми пробками вместимостью 15 мл.

Пипетки из полиэтилена вместимостью 2—3 мл.

Колбы мерные вместимостью 100 и 500 мл.

Цилиндры мерные вместимостью 50 и 100 мл.

Тигли фарфоровые.

Пипетки стеклянные с делениями вместимостью 5 и 10 мл.

Полиэтиленовые банки вместимостью 500 мл.

Тантала пятиокись, содержащая не менее 99,5% Ta_2O_5 .

Натрий сернокислый пиро по ГОСТ 18344—78, ч. д. а.

Аммоний винноокислый по ГОСТ 4951—79, ч. д. а., 10%-ный раствор.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, ч. д. а., плотностью 1,84 г/см³ и 10 н. раствор.

Раствор для разбавления; готовят следующим образом: 10 г пиро сернокислого натрия помещают в тигель и расплавляют в муфельной печи до удаления паров серной кислоты, плав растворяют в 200 мл горячего раствора винноокислого аммония, приливают 100 мл воды, 45 мл 10 н. раствора серной кислоты, охлаждают, переносят в мерную колбу вместимостью 500 мл и доливают водой до метки (рН раствора должен быть 1—1,3).

Аммиак водный по ГОСТ 3760—79, ч. д. а., разбавленный 1:9.

Толуол по ГОСТ 5789—78, х. ч.

Ацетон по ГОСТ 2603—79, ч. д. а.

Кристаллический фиолетовый, 0,2%-ный водный раствор, хранят в склянке из темного стекла. Раствор годен для работы через сутки после приготовления и фильтрования через фильтр «синяя лента».

Натрий фтористый, ос. ч., 5%-ный насыщенный раствор; готовят следующим образом: 25 г фтористого натрия тщательно перемешивают с 500 мл горячей воды, раствор с нерастворившимся остатком переводят в полиэтиленовую банку и оставляют на ночь; отстоявшийся прозрачный раствор сливают в другую полиэтиленовую банку и фильтруют через фильтр «синяя лента».

Основной раствор пятиокиси тантала; готовят следующим образом: 0,0500 г пятиокиси тантала помещают в тигель и сплавляют в муфельной печи при температуре 800—850°C с 2 г пиро сернокислого натрия до получения прозрачного плава. К плаву добавляют 40 мл горячего раствора винноокислого аммония и кипятят при помешивании до растворения, добавляя 10 мл водного раствора аммиака. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл и доливают водой до метки; 1 мл основного раствора содержит 0,5 мг пятиокиси тантала.

2 мл основного раствора помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл, доводят объем раствором для разбавления до метки — раствор А; 1 мл раствора А содержит 10 мкг пятиокиси тантала. Раствор А годен в течение 2—3 суток после приготовления.

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Построение градуировочного графика

Для построения градуировочного графика готовят образцовые

растворы: в кварцевые цилиндры с притертыми пробками вводят 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0; 1,4; 1,8 мл раствора А, что соответствует 2; 4; 6; 8; 10; 14; 18 мкг пятиоксида тантала. Объем раствора в каждом цилиндре доводят раствором для разбавления до 10 мл; рН полученных растворов должен быть 1—1,3 (рН устанавливают в отдельной аликвоте по универсальной индикаторной бумаге, если рН не достигнут, приливают по каплям 10 н. раствор серной кислоты или водный аммиак). Затем к каждому полученному раствору приливают по 9 мл толуола, 1 мл ацетона, 1,8 мл раствора фтористого натрия (полиэтиленовой пипеткой) и 1 мл раствора кристаллического фиолетового. Кварцевые цилиндры закрывают пробкой и содержимое экстрагируют 1 мин. После отстаивания в течение 1 мин отбирают сухой пипеткой с поршнем или грушей точно 7 мл экстракта и переносят в сухие пробирки с притертой пробкой, в которые предварительно добавлено точно 3 мл ацетона. Содержимое пробирок перемешивают.

Одновременно в двух кварцевых цилиндрах параллельно готовят контрольный раствор, в который приливают все те же реактивы, кроме раствора А.

Оптическую плотность образцовых растворов измеряют на фотоэлектроколориметре по отношению к раствору сравнения, в качестве которого используют воду, в кюветках с толщиной поглощающего свет слоя 20 мм, пользуясь светофильтром № 5 при длине волны 590 нм.

Из значения оптической плотности образцовых растворов вычитают среднее значение оптической плотности контрольного раствора.

Оптическая плотность контрольного раствора не должна превышать значения 0,03.

По полученным данным строят градуировочный график, откладывая на оси абсцисс содержащиеся в образцовых растворах массы пятиоксида тантала в микрограммах, а на оси ординат — соответствующие им значения оптических плотностей.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. 0,25 г пятиоксида ниобия помещают в кварцевый тигель, сплавляют в муфельной печи при 800—850°C с 5 г пиро-сернокислого натрия и 1—2 мл серной кислоты плотностью 1,84 г/см³ до получения прозрачного плава и до прекращения выделения паров серной кислоты. Плав растворяют при кипячении в 100 мл раствора виннокислого аммония, добавляют 50 мл воды и 23 мл 10 н. раствора серной кислоты. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 250 мл и доводят водой до метки (рН раствора должен быть 1—1,3, что устанавливают по индикаторной бумаге). Пипеткой отбирают 4 или 5 мл полученного раствора (при массо-

вой доле пятиоксида тантала от 0,06 до 0,2% отбирают 5 мл; при массовой доле свыше 0,2% отбирают 4 мл) и переводят в кварцевый цилиндр с притертой пробкой, затем разбавляют до 10 мл раствором для разбавления; pH полученного раствора должен быть 1—1,3 (pH устанавливают в отдельной аликвотной части, если он не достигнут — приливают по каплям 10 н. раствор серной кислоты или водный аммиак). К полученному раствору приливают 9 мл толуола, 1 мл ацетона, 1,8 мл раствора фтористого натрия (полиэтиленовой пипеткой) и 1 мл раствора кристаллического фиолетового и далее проводят экстракцию и измеряют оптическую плотность анализируемого раствора, как указано в п. 3.1.

Одновременно через все стадии анализа в двух кварцевых цилиндрах параллельно готовят контрольный раствор, в который приливают все те же реактивы, кроме анализируемой пробы. Оптическая плотность контрольного раствора не должна превышать значения 0,04. Из значения оптической плотности анализируемого раствора вычитают среднее арифметическое значение оптической плотности контрольного раствора.

По полученному значению оптической плотности при помощи градуировочного графика определяют массу пятиоксида тантала в микрограммах.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю пятиоксида тантала (X) в процентах вычисляют по формуле

$$X = \frac{m_1 \cdot 250 \cdot 100}{m \cdot V \cdot 1000 \cdot 1000},$$

где m_1 — масса пятиоксида тантала, найденная по градуировочному графику, мкг;

V — аликвотная часть раствора, взятая для определения, мл;

m — масса навески, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое трех параллельных определений, допускаемые расхождения между наибольшим и наименьшим результатами и результатами двух анализов не должны превышать величин, указанных в таблице, при доверительной вероятности $P=0,95$.

5.2. Правильность результатов анализа серии проб проверяют методом добавок. К трем одинаковым аликвотным частям объемом по 4 мл одного из анализируемых растворов пробы, в каждой из которых масса пятиоксида тантала, установленная по разд. 4—5, составляет 6 мкг, добавляют по 0,6 мл раствора А, что соответствует 6 мкг пятиоксида тантала. Полученные растворы анализируют, как указано выше. За результат анализа аликвотных частей с добавками пятиоксида тантала принимают среднее арифмети-

Массовая доля пятиокиси тантала, %	Допускаемые расхождения %
0,06	0,02
0,10	0,02
0,15	0,03
0,20	0,04
0,30	0,06
0,40	0,08
0,45	0,09

ческое значение результатов трех определений в этих трех аликвотных частях. Анализы серии проб правильны, когда полученный результат отличается от исходной массы пятиокиси тантала в аликвотных частях без добавки пятиокиси тантала не более чем на 7,4 и не менее чем на 4,6 мкг пятиокиси тантала. Если полученный результат выходит за указанные пределы, то контроль правильности результатов анализа повторяют, увеличивая число одинаковых аликвотных частей того же анализируемого раствора пробы до шести. Полученный результат должен отличаться от исходной массы пятиокиси тантала в аликвотных частях раствора не более чем на 7,2 и не менее чем на 4,8 мкг пятиокиси тантала.

Изменение № 1 ГОСТ 18184.4—79 Ниобия пятиокись. Метод определения массовой доли пятиоксида тантала

Постановлением Государственного комитета СССР по стандартам от 23.04.85 № 1163 срок введения установлен

с 01.10.85

Под наименованием стандарта проставить код: ОКСТУ 1709.

По всему тексту стандарта заменить единицы измерения: мл на см³.

Раздел 2. Пятнадцатый абзац. Заменить слова: «10 н. раствор» на «раствор серной кислоты концентрации 5 моль/дм³»;

шестнадцатый абзац. Заменить слова: «45 мл 10 н. раствора серной кислоты» на «9 см³ серной кислоты плотностью 1,84 г/см³».

(Продолжение см. с. 184)

(Продолжение изменения к ГОСТ 18184.4—79)

Пункт 3.1. Второй абзац. Заменить слова: «10 н. раствор серной кислоты» на «раствор серной кислоты концентрации 5 моль/дм³».

Пункт 4.1. Первый абзац. Заменить слова: «23 мл 10 н. раствора серной кислоты» на «8 см³ серной кислоты плотностью 1,84 г/см³»; «10 н. раствор серной кислоты или водный аммиак» на «раствор серной кислоты концентрации 5 моль/дм³ или водный аммиак».

Пункт 5.1. Формула. Экспликация. Второй абзац изложить в новой редакции: « V — объем аликвотной части раствора, взятый для определения, см³».

(ИУС № 7 1985 г.)

Изменение № 2 ГОСТ 18184.4—79 Ниобия пентаокись. Метод определения массовой доли пентаокиси тантала

Утверждено и введено в действие Постановлением Государственного комитета СССР по управлению качеством продукции и стандартам от 30.03.90 № 759

Дата введения 01.11.90

Наименование стандарта. Заменить слово: «Метод» на «Методы»; «Method» на «Methods».

Вводная часть. Второй абзац. Заменить слова: «сульфатно-тарtratной» на «сульфатно-оксалатной».

Пункт 1.1. Заменить ссылку: ГОСТ 18184.0—79 на ГОСТ 18385.0—89.

Раздел 2. Девятый абзац. Заменить слова: «Тигли фарфоровые» на «Тигли кварцевые».

дополнить абзацем (после одиннадцатого): «Бумага индикаторная «Phan», рН 0,4—1,4 или «Рифан», рН 0,3—2,2»;

четырнадцатый абзац изложить в новой редакции: Аммоний шавелевокислый, ч. д.з, раствор с массовой долей шавелевокислого аммония 10 %»;

шестнадцатый, двадцать второй абзацы. Заменить слова: «виннокислого аммония» на «шавелевокислого аммония»;

двадцать третий абзац. Заменить слова: «2—3 суток» на «сутки».

Пункт 3.1. Первый абзац. Заменить слова: «по универсальной индикаторной бумаге» на «по индикаторной бумаге»; «1,8 см³ раствора» на «2 см³ раствора»; пятый абзац. Заменить значение: 0,03 на 0,03—0,04.

Пункт 4.1. Первый абзац изложить в новой редакции: «0,1 г пентаоксида ниобия помещают в кварцевый тигель, сплавляют в муфельной печи при 800—850 °С с 2 г пиро сернокислого натрия и 1—2 см³ серной кислоты плотностью 1,84 г/см³ до получения прозрачного плава и до прекращения выделения паров серной кислоты. Плава растворяют при кипячении в 40 см³ раствора шавелевокислого аммония, добавляют 20 см³ воды и 9 см³ 10 н. раствора серной кислоты. Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 см³ и доводят водой до

(Продолжение см. с. 200)

метки (рН раствора должен быть 1—1,3, что устанавливают по индикаторной бумаге). Пипеткой отбирают 4 или 5 см³ полученного раствора (при массовой доле пятиоксида тантала от 0,06 до 0,2 % отбирают 5 см³; при массовой доле свыше 0,2 % отбирают 4 см³) и переводят в кварцевый цилиндр с притертой пробкой, затем разбавляют до 10 см³ раствором для разбавления; рН полученного раствора должен быть 1—1,3 (рН устанавливают в отдельной аликвотной части, если он не достигнут — приливают по каплям 10 н. раствор серной кислоты или водный аммиак). К полученному раствору приливают 9 см³ толуола, 1 см³ ацетона, 2 см³ раствора фтористого натрия (полиэтиленовой пипеткой), и 1 см³ раствора кристаллического фиолетового и далее проводят экстракцию и измеряют оптическую плотность анализируемого раствора, как указано в п. 3.1».

Пункт 5.1. Формулу изложить в новой редакции:

$$X = \frac{m_1 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot V \cdot 1000 \cdot 1000} ;$$

заменить слова: «в таблице» на «в табл. 1».

таблицу дополнить словами: «Таблица 1».

Стандарт дополнить разделом — б:

**«б. Экстракционно-фотометрический метод определения пятиоксида тантала
(при массовой доле от 0,02 до 0,10 %)**

Метод основан на измерении оптической плотности толуольного экстракта фтортанталата бриллиантового зеленого.

б.1. Аппаратура, реактивы и растворы

Колориметр фотоэлектрический концентрационный КФК-2 или аналогичный. Весы аналитические.

Плитка электрическая лабораторная с закрытой спиралью мощностью 3 кВт.

(Продолжение см. с. 201)

Электронпечь сопротивления камерная лабораторная СНОЛ 1,6 2,5 1/11—И2 или аналогичная.

Центрифуга лабораторная марки ЦЛК—1 или аналогичная.

Пипетка 1—2—2, 2—2—5, 2—2—10, 2—2—25, 2—2—50, 6—2—10 по ГОСТ 20292—74.

Бюретки 6—2—5, 1—2—100 по ГОСТ 20292—74.

Цилиндры 1—500, 1—2000 по ГОСТ 1770—74.

Колбы 2—100—2, 2—200—2, 2—500—2 по ГОСТ 1770—74.

Стакан В-1—100 ТС по ГОСТ 25336—82.

Стакан кварцевый вместимостью 100 см³.

Стакан фторпластовый вместимостью 100 см³.

Банки полиэтиленовые БН-0,5 и бидон БДЦ-5,0.

Пробки из пластмассы.

Цилиндры из полиэтилена вместимостью 60 см³.

Пробирки центрифужные из полиэтилена вместимостью 10 см³.

Пипетки из полиэтилена вместимостью 10 см³.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, х. ч., раствор 5 моль/дм³ и 1,4 моль/дм³.

Кислота азотная по ГОСТ 4461—77, х. ч.

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78, х. ч., раствор 7,5 моль/дм³.

Раствор для отмывки экстракта с концентрацией серной кислоты 1,18 моль/дм³ и фтористоводородной кислоты 1,18 моль/дм³ и 0,98 моль/дм³.

Для приготовления 5 дм³ раствора для отмывки помещают в полиэтиленовый бидон 245 см³ раствора фтористоводородной кислоты концентрации 20 моль/дм³, 1175 см³ раствора серной кислоты концентрации 5 моль/дм³, 3580 см³ дистиллированной воды и перемешивают в течение 30—40 с.

Бриллиантовый зеленый, ч., водный раствор с массовой долей реагента 0,3 %. Растворяют 0,3 г реагента в 99,7 г воды на холоде в течение 1 ч при перемешивании с помощью электрохимической мешалки.

Толуол по ГОСТ 5789—78, ч. д. а.

Ацетон по ГОСТ 2603—79, ч. д. а.

Аммиак сернистый.

Калий сернистый пиро по ГОСТ 7172—76, ч. д. а.

Поршок танталовый (высокой чистоты) с массовой долей тантала не менее 99,54 %.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709—72.

6.2. Подготовка к анализу

6.2.1. Приготовление основного типового раствора и рабочих растворов.

Основной раствор с массовой долей 0,200 г/дм³ пентаоксида тантала: металлический порошок тантала массой 0,0819 г помещают во фторопластовый стакан, добавляют полиэтиленовой пипеткой 5,0 см³ концентрированной фтористоводородной кислоты, 0,5 см³ азотной кислоты, нагревают на плитке до полного растворения навески и упаривают до объема 1—2 см³. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 500 см³, в которую предварительно помещают 250 см³ дистиллированной воды, доводят до метки и перемешивают в течение 30—40 с. Приготовленный раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

Рабочие растворы с массовыми концентрациями 2,0 мкг/см³ и 20,0 мкг/см³ пентаоксида тантала: отбирают пипеткой 2,0 и 2,0 см³ основного раствора в мерные колбы вместимостью 200 см³, добавляют 56,0 см³ раствора серной кислоты концентрации 5 моль/дм³, доводят водой до метки и перемешивают в течение 30—40 с.

6.2.2. Построение градуировочных графиков

В полиэтиленовые цилиндры приливают из бюретки 2,0, 4,0, 6,0, 8,0, 10,0 см³ рабочего раствора с массовой долей пентаоксида тантала 2,0 мкг/см³ и 1,0, 2,0, 3,0, 4,0, 5,0 см³ рабочего раствора с массовой долей 20,0 мкг/см³. Доводят раствором серной кислоты концентрации 1,4 моль/дм³ до 10,0 см³ добавляют полиэтиленовой пипеткой 1,5 см³ раствора (7,5 моль/дм³) фтористоводородной кислоты, 25,0 см³ толуола, вводят из бюретки 11,0 см³ раствора бриллиантового зеленого и встряхивают в течение 60 с на электрохимическом

(Продолжение см. с. 202)

встряхивателе или вручную. После расслаивания фаз (1—1,5 мин) экстракт (10 см³) помещают в центрифужную пробирку и центрифугируют, в течение 3 мин со скоростью 3000 об/мин.

Оптическую плотность измеряют на КФК-2 в кюветках с толщиной поглощающего свет слоя 5,0 мм в интервале 20—100 мкг пятиоксида тантала и кюветках 30,0 мм в интервале 4—20 мкг пятиоксида тантала при длине волны (590±10) нм. В качестве раствора сравнения используют толуол.

Одновременно через все стадии построения градуировочных графиков проводят два параллельных контрольных опыта. Оптическая плотность контрольного опыта не должна превышать значения 0,03 в кювете 30 мм и значения 0,005 в кювете 5 мм. В противном случае меняют реактивы и растворы. По полученным данным строят два градуировочных графика.

6.3. Проведение анализа

Пробу массой 0,1000 г помещают во фторопластовый стакан, добавляют полиэтиленовой пипеткой 10 см³ концентрированной фтористоводородной кислоты, затем пипеткой 2,0 см³ азотной кислоты и 8,0 см³ концентрированной серной кислоты, нагревают на плитке до начала выделения паров серной кислоты, затем продолжают нагрев еще 2—3 мин. Стаканы охлаждают до температуры (25±5) °С, добавляют 3,0 г сульфата аммония, разбавляют водой до 10 см³ и переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, доводят водой до метки и перемешивают в течение 30—40 с.

Если проба в кислотах растворяется не полностью, то проводят сплавление пробы с пиросульфатом калия. Пробу массой 0,1000 г помещают в кварцевый стакан, добавляют 3,0 г пиросульфата калия и сплавляют в электропечи при температуре 800 °С до получения прозрачного плава. По охлаждению (25±5) °С плава растворяют в 8,0 см³ концентрированной серной кислоты при нагревании на электроплитке в течение 3—5 мин. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 100 см³, охлаждают до температуры (25±5) °С, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают в течение 30—40 с.

Аликвотную часть полученного раствора, содержащую 1—100 мкг пятиоксида тантала, помещают в полиэтиленовый цилиндр вместимостью 60 см³, доводят раствором серной кислоты концентрации 5 моль/дм³ до 10 см³, добавляют 1,5 см³ раствора фтористоводородной кислоты концентрации 7,5 моль/дм³ и оставляют на 8—10 мин. Добавляют пипеткой 25 см³ толуола, 11 см³ раствора бриллиантового зеленого и производят экстракцию, как описано в п. 6.2.2. После расслаивания фазы разделяют и экстракт в количестве 20—25 см³ отмыывают. Для этого к экстракту полиэтиленовой пипеткой добавляют 10,5 см³ раствора для отмычки, вводят 10 см³ раствора бриллиантового зеленого и перемешивают, как описано в п. 6.2.2. После расслаивания фазы разделяют и экстракт в количестве не менее 16,0 см³ вторично подвергают отмычке. После расслаивания фаз 10 см³ экстракта помещают в центрифужную пробирку и центрифугируют в течение 3 мин со скоростью 3000 об/мин.

Оптическую плотность толуольного экстракта измеряют на КФК-2, как описано в п. 6.2.2. В закрытых полиэтиленовых пробирках экстракты стабильны в течение 4 ч.

6.4. Обработка результатов

Массовую долю пятиоксида тантала (X_1) в процентах вычисляют по формуле

$$X_1 = \frac{m_1 \cdot V \cdot 100}{m \cdot V_1 \cdot 1000000}$$

где m_1 — масса пятиоксида тантала, найденная по градуировочному графику, мкг;

V — вместимость мерной колбы, см³;

m — масса навески, г;

V_1 — аликвотная часть раствора, взятая для экстракции, см³.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений. Расхождение результатов двух параллельных определений

(Продолжение см. с. 203)

(Продолжение изменения к ГОСТ 18184.4—79)

при доверительной вероятности $P=0,95$ не должно превышать значений допускаемых расхождений, приведенных в табл. 2.

Таблица 2

Массовая доля пентаоксида тантала, %	Допускаемое расхождение, %
0,02	0,004
0,05	0,01
0,10	0,02

6.4.1. Правильность результатов анализа проверяют методом добавок. Суммарная массовая доля пентаоксида тантала в пробе с добавкой должна быть не меньше утроенной величины нижней границы определяемых массовых долей и не больше верхней границы определяемых массовых долей.

Суммарную массовую долю пентаоксида тантала (X_2) в пробе с добавкой в процентах вычисляют по формуле

(Продолжение см. с. 204)

(Продолжение изменения к ГОСТ 18184.4-79)

$$X_2 = X_{\text{ан}} + \frac{m_1}{m_2} \cdot 10^{-4},$$

где $X_{\text{ан}}$ — массовая доля пятиокиси тантала в пробе, %;

m_1 — масса пятиокиси тантала, введенная с добавкой, мкг;

m_2 — масса навески пробы, г.

Анализ считают правильным, если разность X_2 и значение результата анализа пробы с добавкой не превышает

$$\Delta = 0,7 \cdot \sqrt{d_1^2 + d_2^2},$$

где d_1 — допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений в пробе без добавки;

d_2 — допускаемое расхождение между результатами двух параллельных определений в пробе с добавкой.

При разногласиях в оценке качества определение проводят, как указано в пп. 2-5.

(ИУС № 7 1990 г.)