УДК 661.888.222:546.883—31.06:006.354 Группа Л19

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

НИОБИЯ ПЯТИОКИСЬ

Метод определения массовой доли пятиокиси тантала

Niobium pentoxide
Method for the determination of pentoxide tantalium 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-тартратной 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°С.

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.

Издание официальное Перепечатка воспрещена

gost.e-ecolog.ru

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

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, ч. д. а., плотностью 1,84 г/см^3 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 виннокислого 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 (pH 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°С с 2 г пиро сернокислого натрия до получения прозрачного плава. К плаву добавляют 40 мл горячего раствора виннокислого 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 пятиокиси тантала. Объем раствора в каждом цилиндре доводят раствором для разбавления до 10 мл; pH полученных растворов должен быть 1—1,3 (pH устанавливают в отдельной аликвоте по универсальной индикаторной бумаге, если pH 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 кюветах 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 пятиокиси тантала в микрограммах, а на оси ординат — соответствующие им значения оптических плотностей.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. 0,25 г пятиокиси ниобия помещают в кварцевый тигель, сплавляют в муфельной печи при 800—850°С с 5 г пиро сернокислого натрия и 1—2 мл серной кислоты плотностью 1,84 г/см^3 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 (pH раствора должен быть 1—1,3, что устанавливают по индикаторной бумаге). Пипеткой отбирают 4 или 5 мл полученного раствора (при массо-

вой доле пятиокиси 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 пятиокиси тантала в микрограммах.

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Массовую долю пятиокиси 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 пятиокиси 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 пятиокиси тантала, установленная по разд. 4—5, составляет 6 мкг, добавляют по 0,6 мл раствора А, что соответствует 6 мкг пятиокиси тантала. Полученные растворы анализируют, как указано выше. За результат анализа аликвотных частей с добавками пятиокиси 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 пятиокиси 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 $см^3$.

Раздел 2 Пятнадцатый абзац Заменить слова «10 н раствор» на «раствор серной кислоты концентрации 5 моль/$дм^3$»,

шестнадцатый абзац Заменить слова «45 мл 10 н раствора серной кислоты» на «9 $см^3$ серной кислоты плотностью 1,84 г/$см^3$»

(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/дм^3»

Пункт 4 1 Первый абзац Заменить слова «23 мл 10 н раствора серной кислоты» на «8 см^3 серной кислоты плотностью 1,84 г/см^3», «10 н раствор серной кислоты или водный аммиак)» на «раствор серной кислоты концентрации 5 моль/дм^3 или водный аммиак)»

Пункт 5 1 Формула Экспликация Второй абзац изложить в новой редакции «V — объем аликвотной части раствора, взятый для определения, см^3,»

(ИУС № 7 1985 г)

Изменение № 2 ГОСТ 18184.4—79 Ниобия пятиокись. Метод определения массовой доли пятиокиси 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 тартратной» 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», pH 0,4—1,4 или «Рифан», pH 0,3—2,2»,

четырнадцатый абзац изложить в новой редакции Аммоний щавелевокислый, ч д а, раствор с массовой долей щавелевокислого аммония 10 %»,

шестнадцатый, двадцать второй абзацы Заменить слова «виннокислого аммония» на «щавелевокислого аммония»,

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

Пункт 3 1 *Первый абзац Заменить слова* «по универсальной индикаторной бумаге» на «по индикаторной бумаге», 1,8 $см^3$ раствора» на «2 $см^3$ раствора»,

пятый абзац Заменить значение 0,03 на 0,03—0,04

Пункт 4 1 Первый абзац изложить в новой редакции «0,1 г пятиокиси ниобия помещают в кварцевый тигель, сплавляют в муфельной печи при 800—850 °С с 2 г пиро сернокислого натрия и 1—2 $см^3$ серной кислоты плотностью 1,84 г/$см^3$ до получения прозрачного плава и до прекращения выделения паров серной кислоты Плав растворяют при кипячении в 40 $см^3$ раствора щавелевокислого аммония, добавляют 20 $см^3$ воды и 9 $см^3$ 10 н раствора серной кислоты Раствор переносят в мерную колбу вместимостью 100 $см^3$ и доводят водой до

(Продолжение см. с. 200)

метки (pH раствора должен быть 1—1,3, что устанавливают по индикаторной бумаге) Пипеткой отбирают 4 или 5 см³ полученного раствора (при массовой доле пятиокиси 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, pH получен ного раствора должен быть 1—1,3 (pH устанавливают в отдельной аликвотной части если он не достигнут — приливают по каплям 10 н раствор серной кис лоты 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

$$X \quad \frac{m_1 \ 100 \ 100}{m \ V \ 1000 \ 1000} \ ,$$

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

таблицу дополнить словами «Таблица 1»

Стандарт дополнить разделом — 6

«6 Экстракционно-фотометрический метод определения пятиокиси тантала (при массовой доле от 0,02 до 0,10 %)

Метод основан на измерении оптической плотности толуольного экстракта фтортанталата бриллиантового зеленого

6 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)

Электропечь 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 см^3.

Стакан фторпластовый вместимостью 100 см^3.

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

Пробки из пластмассы.

Цилиндры из полиэтилена вместимостью 60 см^3.

Пробирки центрифужные из полиэтилена вместимостью 10 см^3.

Пипетки из полиэтилена вместимостью 10 см^3.

Кислота серная по ГОСТ 4204—77, х. ч., раствор 5 моль/дм^3 и 1,4 моль/дм^3.

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

Кислота фтористоводородная по ГОСТ 10484—78, х. ч., раствор 7,5моль/дм^3.

Раствор для отмывки экстракта с концентрацией серной кислоты 1,18 моль/дм^3 и фтористоводородной кислоты 1,18 моль/дм^3 и 0,98 моль/дм^3.

Для приготовления 5 дм^3 раствора для отмывки помещают в полиэтиленовый бидон 245 см^3 раствора фтористоводородной кислоты концентрации 20 моль/дм^3, 1175 см^3 раствора серной кислоты концентрации 5 моль/дм^3, 3580 см^3 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 электромеханической мешалки.

Толуол по ГОСТ 5789—78, ч. д. а.

Ацетон по ГОСТ 2603—79, ч. д. а.

Аммоний сернокислый.

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

Порошок 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/дм^3 пятиокиси тантала: металлический порошок тантала массой 0,0819 г помещают во фторопластовый стакан, добавляют полиэтиленовой пипеткой 5,0 см^3 концентрированной фтористоводородной кислоты, 0,5 см^3 азотной кислоты, нагревают на плитке до полного растворения навески и упаривают до объема 1—2 см^3. Раствор переводят в мерную колбу вместимостью 500 см^3, в которую предварительно помещают 250 см^3 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/см^3 и 20,0 мкг/см^3 пятиокиси тантала; отбирают пипеткой 2,0 и 2,0 см^3 основного раствора в мерные колбы вместимостью 200 см^3, добавляют 56,0 см^3 раствора серной кислоты концентрации 5 моль/дм^3, 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 см^3 рабочего раствора с массовой долей пятиокиси тантала 2,0 мкг/см^3 и 1,0, 2,0, 3,0 4,0 5,0 см^3 рабочего раствора с массовой долей 20,0 мкг/см^3. Доводят раствором серной кислоты концентрации 1,4 моль/дм^3 до 10,0 см^3 добавляют полиэтиленовой пипеткой 1,5 см^3 раствора (7,5 моль/дм^3) фтористоводородной кислоты, 25,0 см^3 толуола, вводят из бюретки 11,0 см^3 раствора бриллиантового зеленого и встряхивают в течение 60 с на электромеханическом

(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 кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 5,0 мм в интервале 20—100 мкг пятиокиси тантала и кюветах 30,0 мм в интервале 4—20 мкг пятиокиси 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 пиросернокислого калия и сплавляют в электропечи при температуре 800 °С до получения прозрачного плава. По охлаждении (25±5) °С плав 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 пятиокиси 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 отмывают Для этого к экстракту полиэтиленовой пипеткой добавляют 10,5 см³ раствора для отмывки, 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 отмывке 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 пятиокиси 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 пятиокиси 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)

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

Таблица 2

Массовая доля по пятиокиси 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 пятиокиси тантала в пробе с добавкой должна быть не меньше утроенной величины нижней границы определяемых массовых долей и не больше верхней границы определямых массовых долей.

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

(Продолжение см с 204)

$$X_2 = X_{в1} + \frac{m_1}{m_2} \cdot 10^{-4},$$

где $X_{в1}$ — 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.)

gost.e-ecolog.ru