

发布

国 家 市 场 监 督 管 理 总 局

国 家 标 准 化 管 理 委 员 会

20XX-XX-XX实施

20XX-XX-XX发布

贵金属合金化学分析方法

第20部分：铑含量的测定

Methods for chemical analysis of precious metal alloys

Part 5:Determination of Rhodium content

（讨论稿）

GB/T 15072.20—XXXX

中华人民共和国国家标准

ICS 77.120.99

CCS H 15

**前 言**

本文件按照GB/T 1.1-2020 《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件是GB/T 15072《贵金属合金化学分析方法》第1部分，GB/T 15072已经发布了以下部分：——GB/T 15072.1-2008 贵金属合金化学分析方法 金、铂、钯合金中金量的测定 硫酸亚铁电位滴定法；

——GB/T 15072.2-2008 贵金属合金化学分析方法 银合金中银量的测定 氯化钠电位滴定法；

——GB/T 15072.3-2008 贵金属合金化学分析方法 金、铂、钯合金中铂量的测定 高锰酸钾电流滴定法；

——GB/T 15072.4-2008 贵金属合金化学分析方法 钯、银合金中钯量的测定 二甲基乙二醛肟重量法；

——GB/T 15072.5—2008 贵金属合金化学分析方法 金、钯合金中银量的测定 碘化钾电位滴定法；

——GB/T 15072.6-2008 贵金属合金化学分析方法 铂、钯合金中铱量的测定 硫酸亚铁电流滴定法；

——GB/T 15072.7-2008 贵金属合金化学分析方法 金合金中铬和铁量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——GB/T 15072.8-2008 贵金属合金化学分析方法 金、钯、银合金中铜量的测定 硫脉析出EDTA 络合返滴定法；

——GB/T 15072.9-2008 贵金属合金化学分析方法 金合金中铟量的测定 EDTA络合返滴定法；

——GB/T 15072.10-2008 贵金属合金化学分析方法 金合金中镍量的测定 EDTA络合返滴定法；

——GB/T 15072.11-2008 贵金属合金化学分析方法 金合金中钆和铍量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——GB/T 15072.12-2008 贵金属合金化学分析方法 银合金中钒量的测定 过氧化氢分光光度法；

——GB/T 15072.13-2008 贵金属合金化学分析方法 银合金中锡、铈和镧量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——GB/T 15072.14-2008 贵金属合金化学分析方法 银合金中铝和镍量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——GB/T 15072.15-2008 贵金属合金化学分析方法 金、银、钯合金中镍、锌和锰量的测定电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——GB/T 15072.16-2008 贵金属合金化学分析方法 金合金中铜和锰量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——GB/T 15072.17-2008 贵金属合金化学分析方法 铂合金中钨量的测定 三氧化钨重量法；

——GB/T 15072.18-2008 贵金属合金化学分析方法 金合金中锆和镓量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法；

——GB/T 15072.19-2008 贵金属合金化学分析方法 银合金中钒和镁量的测定 电感耦合等离子体原子发射光谱法。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国有色金属工业协会提出。

本文件由全国有色金属标准化技术委员会（SAC/TC 243）归口。

本文件起草单位：贵研检测科技（云南）有限公司、云南省贵金属新材料控股集团股份有限公司、有色金属技术经济研究院有限责任公司、贵研资源（易门）有限公司、江西省君鑫贵金属科技材料有限公司、中宝正信金银珠宝首饰检测有限公司、云南黄金集团贵金属检测公司、国标（北京）检验认证有限公司、北矿检测技术股份有限公司、紫金矿业集团股份有限公司。

本文件主要起草人：

本文件及其所替代文件的历次版本发布情况为：

——本次为首次发布。

**引 言**

贵金属合金是由一种或多种贵金属（如金、银、铂、钯等）与其他金属或非金属元素组成的合金材料。这些合金不仅能够保持贵金属的优良属性，如耐腐蚀性、导电性、延展性等，还能通过添加其他金属来改变或增强合金的某些物理、化学或机械性能。这使得贵金属合金在提高材料实用性和降低成本方面具有重要意义，广泛应用于汽车工业、电子通讯、新能源、石油化工、兵器工业、航空航天等领域。GB/T 15072旨在建立一套化学成分分析的方法标准，以满足贵金属合金产品生产和贸易的需求。

GB/T 15072拟由17个部分构成。

——第1部分：金含量的测定。目的在于建立电位滴定法和火试金重量法测定贵金属合金中金含量的方法。

——第2部分：银含量的测定。目的在于建立电位滴定法和火试金重量法测定贵金属合金中银含量的方法。

——第3部分：铂含量的测定。目的在于建立电位滴定法测定贵金属合金中铂含量的方法。

——第4部分：钯含量的测定。目的在于建立重量法和滴定法测定贵金属合金中钯含量的方法。

——第6部分：铱含量的测定。目的在于建立电位滴定法测定贵金属合金中铱含量的方法。

——第7部分：多元素含量的测定。电感耦合等离子体原子发射光谱法测定贵金属合金中多元素含量的测定方法。

——第8部分：铜含量的测定。目的在于建立滴定法测定贵金属合金中铜含量的方法。

——第9部分：铟、锆含量的测定。目的在于建立滴定法测定贵金属合金中铟、锆含量的方法。

——第10部分：镍含量的测定。目的在于建立滴定法和重量法测定贵金属合金中铟、锆含量的方法。

——第12部分：钒、铼、钆、钇含量的测定。目的在于建立分光光度法测定贵金属合金中钒、铼、钆、钇含量的方法。

——第17部分：钨含量的测定。目的在于建立重量法测定贵金属合金中钨含量的方法。

——第20部分：铑含量的测定。目的在于建立分光光度法和重量法测定贵金属合金中铑含量的方法。

——第21部分：钌含量的测定。目的在于建立分光光度法和电感耦合等离子体原子发射光谱法测定贵金属合金中铑含量的方法。

——第22部分：锰含量的测定。目的在于建立滴定法测定贵金属合金中锰含量的方法。

——第23部分：钴含量的测定。目的在于建立滴定法测定贵金属合金中钴含量的方法。

——第24部分：锡含量的测定。目的在于建立滴定法测定贵金属合金中锡含量的方法。

——第25部分：铜、锰、锑、镍含量的测定。目的在于建立原子吸收光谱法测定贵金属合金中铜、锰、锑、镍含量的方法。

本文件的发布进一步完善了标准的完整性性，测定范围完全覆盖产品标准要求，满足了市场需求。在提升贵金属合金产品质量，促进其生产、贸易及扩大应用需求方面具有重要意义。

贵金属合金化学分析方法

第20部分：铑含量的测定

警示——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件描述了通过硝酸六氨合钴重量法和分光光度法测定贵金属合金中铑含量的测定方法。

本文件适用于贵金属合金中铑含量的测定。硝酸六氨合钴重量法测定范围（质量分数）为：5.0%~95.0%；分光光度法测定范围（质量分数）为3.0%～5.0%。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定。

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 方法一 硝酸六氨合钴重量法

4.1 原理

试料于聚四氟乙烯消化罐或硬质玻璃管中加盐酸-过氧化氢高温高压消解，在铑的氯络合物微酸性溶液中，用硝酸六氨合钴使铑呈复盐沉淀，重量法测定铑量。

## 4.2 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

4.2.1 亚硝酸钠。

4.2.2 硝酸（ρ=1.42 g/mL）。

4.2.3 盐酸（ρ=1.19 g/mL）。

4.2.4 无水乙醇（ρ=0.79 g/mL）。

4.2.5 乙醚（ρ= 1.19 g/mL）。

4.2.6 过氧化氢（ω=30%）。

4.2.7 硝酸六氨合钴饱和溶液：称取17 g结晶硝酸六氨合钴，加300mL水，加热溶解，用快速定性滤纸过滤后，稀释至1000mL。

4.2.8 硝酸六氨合钴洗液：取15mL硝酸六氨合钴饱和溶液，加水稀释至500mL。

注：硝酸六氨合钴制备方法见附录A。

## 4.3 仪器设备

4.3.1 天平 感量0.01 mg。

4.3.2 烘箱（0℃～300℃）。

4.3.3 4号玻璃砂芯坩埚。

## 4.4 样品

样品加工成碎屑，用冰醋酸浸泡10min后，再用无水乙醇洗净、晾干，混匀。

## 4.5 试验步骤

### 4.5.1 试料

按表1称取试料，精确至0.00001 g。

表1

|  |  |
| --- | --- |
| 铑的质量分数/％ | 试料/g |
| 5.0~10.0 | 0.20 |
| >10.0~30.0 | 0.15 |
| >30.0~50.0 | 0.10 |
| >50.0~95.0 | 0.05 |

### 4.5.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

### 4.5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

### 4.5.4 测定

### 4.5.4.1 试料的分解

4.5.4.1.1 将试料（Rh含量<40%）置于聚四氟乙烯消化罐中，加20mL盐酸（4.2.3），5mL过氧化氢（4.2.6），置于烘箱中于150℃±5℃加热溶解24h，取出，冷却。

4.5.4.1.2 将试料（Rh含量≥40%）置于硬质玻璃管中，加10mL盐酸（4.2.3），2mL过氧化氢（4.2.6），置于烘箱中于150℃±5℃加热溶解24h，取出，冷却。

### 4.5.4.2 试液处理

将试液（4.5.5.1）转入500mL烧杯中，蒸至近干，加水至300mL，盖上表面皿，加热至60℃，加5g亚硝酸钠（4.2.1），继续加热至溶液沸腾，边搅拌边加入25mL硝酸六氨合钴饱和溶液（4.2.7），继续搅拌至大量沉淀析出。保持微沸10min。将烧杯浸入冷水中冷却1h。

### 4.5.4.3 过滤恒重

用预先洗净、干燥、已经恒重好的4号玻璃砂芯坩埚抽滤试液（4.5.5.2），用带橡皮头的玻璃棒将沾附在烧杯壁上的沉淀擦下，用硝酸六氨合钴洗液（4.2.8）将烧杯中的沉淀完全洗入玻璃砂芯坩埚中，用硝酸六氨合钴洗液（4.2.8）再洗沉淀2次，用无水乙醇（4.2.4）洗3次，乙醚（4.2.5）洗1次。将玻璃砂芯坩埚放入玻璃减压干燥器中干燥30min，称重，再干燥，直至恒重。

## 4.6 试验数据处理

铑含量以铑的质量分数（）计，按公式（1）计算：

………...……（1）

式中：

m2——铑复盐沉淀和坩埚的质量，单位为克（g）；

m1——坩锅的质量，单位为克（g）；

m0——空白值，单位为克（g）；

0.19054——铑的复盐换算成铑因数；

m——试料的质量，单位为克（g）。

试验结果的数值按GB/T8170的规定进行修约，计算结果表示到小数点后两位。

## 4.7 精密度

### 4.7.1 重复性（*r*）

精密度数据是XXXX年由X家实验室对X个铑含量不同的水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的铑含量在重复条件下独立测定X次。测量的原始数据见附录X。在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，按GB/T 6379.2测量方法与结果的准确性（正确度与精密度）中的方法计算重复性限。在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限（r），超过重复性限（r）的情况不超过5 %，重复性限（r）按以下表2数据采用线性内插法或外延法求得:

表2 重复性限

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 铑的质量分数/% | 4.65 | 39.92 | 94.67 |
| *r* /% | 0.04 | 0.09 | 0.19 |

### 4.7.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于再现性限（R），超过再现性限（R）的情况不超过5%，再现性限（R）按表3数据采用线性内插法求得。精密度数据统计见附录B。

表3 再现性

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 铑的质量分数/% | 4.65 | 39.92 | 94.67 |
| R /% | 0.04 | 0.10 | 0.22 |

5 方法二 氯化亚锡分光光度法

5.1 原理

试料用盐酸-过氧化氢溶解。在溴酸钠、碳酸氢钠（pH=8）介质中使铑呈水合氧化物沉淀与铂分离，在稀盐酸介质中，用丁二肟分离钯，用氯化亚锡分光光度法测定铑。

5.2 试剂或材料

除非另有说明，在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

5.2.1 盐酸（ρ=1.19 g/mL）。

5.2.2 盐酸（1+99）。

5.2.3 盐酸（15+85）。

5.2.4 硝酸（ρ=1.42 g/mL）。

5.2.5 过氧化氢（ω=30%）。

5.2.6 溴酸钠溶液（ρ=100g/L）。

5.2.7 碳酸氢钠溶液（ρ=50g/L）。

5.2.8 氯化钠溶液（ρ=10g/L）。

5.2.9 丁二肟乙醇溶液（ρ=10g/L），过滤后使用。

5.2.10 氯化亚锡溶液（ρ=250g/L）。称取25g氯化亚锡，溶于17mL盐酸（5.2.1）中，用水稀释至100mL，保存于棕色瓶中。

5.2.11 铑标准贮存溶液：称取0.1000g铑粉（质量分数≥99.99%），置于硬质玻璃封管中，加入已用冰水冷却的盐酸（5.2.1）、2ml过氧化氢（5.2.5），立即用汽油喷灯火焰融化硬质玻璃封管管口并密封，置于盛有煤油的钢弹中，盖上内盖，旋紧外盖，内置于马弗炉中升温至150℃±5，恒温溶解48h，取出冷却，置于冰箱中冷冻2h，取出，立即用石英砂划开硬质玻璃封管，将管内试液用盐酸（5.2.3）洗入100ml容量瓶中，用水稀释至刻线，混匀，此溶液中1ml含1mg铑。

5.3 仪器设备

5.3.1 天平 感量0.1 mg。

5.3.2 紫外可见分光光度计。

5.3.3 烘箱（最高温度300℃）。

5.3.4 4号玻璃砂芯漏斗。

5.4 试样

样品加工成碎屑，用冰醋酸浸泡10min后，再用无水乙醇洗净、晾干，混匀。

5.5 分析步骤

### 5.5.1 试料

称取0.20g试样，精确至0.0001g。

### 5.5.2 平行试验

平行做两份试验，取其平均值。

### 5.5.3 空白试验

随同试料做空白试验。

5.5.4 测定

5.5.4.1 试料的分解

将试料（5.5.1）置于聚四氟乙烯消化罐中，加20 mL盐酸（5.2.1），4 mL过氧化氢（5.2.5），置于烘箱中150℃±5℃加热溶解12h，取出，冷却。将试液转入500 mL烧杯中，于电炉上蒸至近干，取下。

5.5.4.2 试液处理

5.5.4.2.1于试液（5.5.5.1）中加200 mL水，盖上表面皿，放置电炉上，加热至近沸，冲洗表面皿，加入10 mL溴酸钠溶液（5.2.6），继续加热至微沸并保持30 min，搅拌下慢慢滴入碳酸氢钠溶液（5.2.7）至溶液颜色变深、有少量黑褐色沉淀析出（溶液 pH值3~4），加5 mL溴酸钠溶液（5.2.6）并加热至微沸保持30 min，搅拌下慢慢滴入碳酸氢钠溶液（5.2.7）至产生大量黑褐色沉淀（溶液 pH值6~7），再加入5 mL溴酸钠溶液（5.2.6），加热至微沸并保持15min，滴加碳酸氢钠溶液（5.2.7）调节pH8±0.5，盖上表面皿，保持微沸30 min。取下，静置1h。用4号玻璃砂芯漏斗抽滤，用氯化钠溶液（5.2.8）洗烧杯及沉淀各6次。将玻璃砂芯漏斗移至另一干净抽滤瓶上，用20mL盐酸（5.2.1）溶解漏斗中的沉淀，抽滤。将抽滤瓶中滤液转入原烧杯中，用水洗漏斗及抽滤瓶6次，冲洗液并入原烧杯中置于电炉上蒸至近干。加200 mL水按（5.5.5.2.1）重复操作1次。残渣中加入5mL盐酸，蒸干。反复3次。加入5mL盐酸溶解残渣后转入200 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。移取试液15.00 mL置于50 mL容量瓶。

5.5.4.2.2含钯试液的处理：残渣（5.5.5.2.1）加3mL盐酸（5.2.1），100 mL水，在搅拌下加入20 mL丁二肟乙醇溶液（5.2.9），继续搅拌10 min，放置20 min。用4号玻璃砂芯漏斗过滤，用盐酸（5.2.2）反复洗烧杯及漏斗各6次，抽滤，再用蒸馏水各洗6次，抽滤，收集滤液。将滤液转入200 mL容量瓶中，用水稀释至刻度，混匀。移取试液15.00 mL置于100 mL烧杯中，蒸干。加5 mL盐酸（5.2.1），2 mL硝酸（5.2.4），蒸干。重复3次。加5 mL盐酸（5.2.1）溶解残渣，将溶液转入50 mL容量瓶中，控制体积约25 mL。

5.5.4.3 测定

在试液（5.5.5.2.1、5.5.5.2.2）中加10 mL氯化亚锡溶液（5.2.10），摇匀，将容量瓶浸入沸水浴中加热30 min，取出放入冷水中冷至室温，加5 mL盐酸（5.2.1），用水稀释至刻度，混匀。将部分试液移入1 cm 比色皿中，于分光光度计475 nm处，以试剂空白作参比溶液，测量吸光度。从工作曲线查出相应的铑含量。

5.5 工作曲线的绘制

移取0mL、0.10mL、0.30mL、0.50mL、1.00mL、1.50mL铑标准溶液（5.2.12）置于一组50mL容量瓶中，按5.5.5.3测量吸光度，以铑的测定吸光度为纵坐标，标准浓度为横坐标，绘制工作曲线。工作曲线的线性相关系数应不小于0.9995。

5.6 试验数据的处理

铑含量以铑的质量分数（）计，按公式（2）计算：

……………（2）

式中：

m——由工作曲线查得的铑量，单位为毫克（mg）；

m1——空白值，单位为毫克（mg）；

*V0*――试液总体积，单位为毫升（mL）；

*m0*――试料的质量，单位为克（g）；

*V1*――分取试液的体积，单位为毫升（mL）。

试验结果的数值按GB/T8170的规定进行修约，计算结果表示至小数点后第二位。

5.7 精密度

### 5.7.1 重复性（*r*）

精密度数据是XXXX年由X家实验室对X个铑含量不同的水平样品进行共同试验确定的。每个实验室对每个水平的铑含量在重复条件下独立测定X次。测量的原始数据见附录X。在重复性条件下获得的两次独立测试结果的测定值，按GB/T 6379.2测量方法与结果的准确性（正确度与精密度）中的方法计算重复性限。在以下给出的平均值范围内，这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限（r），超过重复性限（r）的情况不超过5 %，重复性限（r）按以下表2数据采用线性内插法或外延法求得:

表4 重复性限

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 铑的质量分数/% | 3.00 | 3.99 | 4.65 |
| *r* /% | 0.08 | 0.10 | 0.12 |

### 5.8.2 再现性

在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于再现性限（R），超过再现性限（R）的情况不超过5%，再现性限（R）按表5数据采用线性内插法求得。精密度数据统计见附录B。

表5 再现性

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| 铑的质量分数/% | 3.00 | 3.99 | 4.65 |
| R /% | 0.10 | 0.10 | 0.12 |

6 试验报告

本章规定试验报告所包含的内容。至少应给出以下几个方面的内容：

——试验对象；

——使用的标准（包括发布或出版年号）；

——使用的方法（如果标准中包括几个方法）；

——分析结果及其表示；

——与基本分析步骤的差异；

——观察到的异常现象；

——试验日期。

附 录 A

（资料性）

硝酸六氨合钴的制备方法

将73 g硝酸钴溶于100 mL水中，加入80 g硝酸铵，2 g活性炭，180 mL氨水。于溶液中通空气3～4 h。加入1300 mL硝酸酸化水，加热至约70 ℃。过滤除去活性炭，往滤液中加入200 mL硝酸，用玻砂漏斗过滤析出的橙色晶状沉淀。用水和乙醇洗涤沉淀，在100 ℃干燥后备用。

附录B

（资料性）

精密度统计数据

表B.1给出了方法1硝酸六氨合钴重量法（2024年由8家实验室对铑含量的5个不同水平 样品，在重复性条件下独立测定7次)的精密度统计数据。

**表B.1 方法1精密度统计数据**

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 水平 | 离群 | 结果可接受的实验室个数 | 可接受的数据个数 | 平均值 % | 重复性标 准差(S) | 再现性标 准差(SR) | 重复性限(r) % | 再现性限(R) % |
| Rh | 1 | 0 | 8 | 56 | 4.65 | 0.0136 | 0.0142 | 0.04 | 0.04 |
| 2 | 0 | 8 | 56 | 39.92 | 0.0345 | 0.0351 | 0.09 | 0.10 |
| 3 | 0 | 8 | 56 | 94.65 | 0.0670 | 0.077 | 0.19 | 0.22 |

表B.2给出了方法2氯化亚锡分光光度法（2024年由8家实验室对铑含量的5个不同水平 样品，在重复性条件下独立测定7次)的精密度统计数据。

**表B.2 方法2精密度统计数据**

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 元素 | 水平 | 离群 | 结果可接受的实验室个数 | 可接受的数据个数 | 平均值 % | 重复性标 准差(S) | 再现性标 准差(SR) | 重复性限(r) % | 再现性限(R) % |
| Rh | 1 | 0 | 6 | 42 | 2.99 | 0.0301 | 0.0364 | 0.08 | 0.10 |
| 2 | 0 | 8 | 56 | 3.99 | 0.036 | 0.0346 | 0.10 | 0.10 |
| 3 | 0 | 8 | 56 | 4.65 | 0.0409 | 0.0422 | 0.12 | 0.12 |

附录C

（资料性）

验证试验数据

试验验证原始数据是在2024年由8家实验室对铑含量的5个样品进行试验，每个水平的铑含量在重复性条件下独立测定7次，结果见表C.1、C.2。

**表C.1 方法1硝酸六氨合钴重量法试验验证原始数据**

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 水平数 | 铑（质量分数）/%，n=7 | | | | | | | 平均值  % | RSD  % |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| 1 | 4.64 | 4.65 | 4.65 | 4.66 | 4.65 | 4.65 | 4.66 | 4.65 | 0.15 |
| 2 | 4.66 | 4.64 | 4.65 | 4.64 | 4.64 | 4.65 | 4.65 | 4.65 | 0.16 |
| 3 | 4.64 | 4.65 | 4.63 | 4.63 | 4.62 | 4.65 | 4.64 | 4.64 | 0.24 |
| 4 | 4.64 | 4.65 | 4.66 | 4.64 | 4.65 | 4.65 | 4.66 | 4.65 | 0.18 |
| 5 | 4.66 | 4.65 | 4.66 | 4.65 | 4.63 | 4.62 | 4.65 | 4.65 | 0.33 |
| 6 | 4.65 | 4.65 | 4.66 | 4.66 | 4.65 | 4.66 | 4.67 | 4.66 | 0.13 |
| 7 | 4.65 | 4.65 | 4.64 | 4.66 | 4.65 | 4.67 | 4.66 | 4.65 | 0.21 |
| 8 | 4.68 | 4.65 | 4.61 | 4.66 | 4.68 | 4.68 | 4.63 | 4.66 | 0.62 |
| 水平数 | 铑（质量分数）/%，n=7 | | | | | | | 平均值  % | RSD  % |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| 1 | 39.94 | 39.92 | 39.89 | 39.93 | 39.87 | 39.93 | 39.95 | 39.92 | 0.07 |
| 2 | 39.96 | 39.97 | 39.97 | 39.90 | 39.89 | 39.96 | 39.96 | 39.94 | 0.09 |
| 3 | 39.92 | 39.91 | 39.88 | 39.89 | 39.92 | 39.94 | 39.93 | 39.91 | 0.05 |
| 4 | 39.90 | 39.89 | 39.92 | 39.93 | 39.96 | 39.91 | 39.95 | 39.92 | 0.06 |
| 5 | 39.90 | 39.88 | 39.95 | 39.92 | 39.95 | 39.91 | 39.92 | 39.92 | 0.06 |
| 6 | 39.92 | 39.94 | 39.91 | 39.96 | 39.95 | 39.85 | 39.91 | 39.92 | 0.10 |
| 7 | 39.82 | 39.88 | 39.90 | 39.92 | 39.89 | 39.87 | 39.85 | 39.88 | 0.08 |
| 8 | 39.93 | 39.93 | 39.94 | 39.99 | 39.89 | 39.93 | 39.98 | 39.94 | 0.08 |
| 水平数 | 铑（质量分数）/%，n=7 | | | | | | | 平均值  % | RSD  % |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| 1 | 94.65 | 94.53 | 94.75 | 94.70 | 94.58 | 94.62 | 94.72 | 94.65 | 0.08 |
| 2 | 94.72 | 94.73 | 94.70 | 94.63 | 94.60 | 94.64 | 94.73 | 94.68 | 0.06 |
| 3 | 94.66 | 94.76 | 94.80 | 94.69 | 94.80 | 94.72 | 94.73 | 94.74 | 0.06 |
| 4 | 94.62 | 94.61 | 94.69 | 94.64 | 94.67 | 94.66 | 94.71 | 94.66 | 0.04 |
| 5 | 94.66 | 94.62 | 94.65 | 94.68 | 94.67 | 94.66 | 94.63 | 94.65 | 0.02 |
| 6 | 94.62 | 94.65 | 94.70 | 94.73 | 94.85 | 94.70 | 94.75 | 94.71 | 0.08 |
| 7 | 94.65 | 94.50 | 94.56 | 94.61 | 94.43 | 94.68 | 94.65 | 94.58 | 0.10 |
| 8 | 94.68 | 94.84 | 94.57 | 94.60 | 94.68 | 94.62 | 94.72 | 94.67 | 0.10 |

**表C.1 方法2氯化亚锡分光光度法试验验证原始数据**

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| 水平数 | 铑（质量分数）/%，n=7 | | | | | | | 平均值  % | RSD  % |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| 1 | 2.96 | 3.01 | 2.98 | 3.02 | 3.05 | 2.99 | 3.04 | 3.01 | 1.08 |
| 2 | 3.00 | 2.99 | 2.99 | 3.00 | 3.01 | 3.02 | 3.04 | 3.01 | 0.60 |
| 3 | 2.98 | 3.01 | 2.92 | 2.96 | 2.95 | 2.94 | 2.91 | 2.95 | 1.17 |
| 4 | 2.99 | 2.97 | 3.04 | 3.03 | 2.98 | 3.01 | 3.01 | 3.00 | 0.86 |
| 5 | 3.02 | 3.04 | 2.97 | 2.95 | 2.96 | 2.98 | 2.97 | 2.98 | 1.11 |
| 6 | 3.08 | 3.01 | 3.03 | 2.99 | 3.00 | 2.98 | 3.04 | 3.02 | 1.10 |
| 水平数 | 铑（质量分数）/%，n=7 | | | | | | | 平均值  % | RSD  % |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| 1 | 3.97 | 4.00 | 4.01 | 3.96 | 4.02 | 4.05 | 3.94 | 3.99 | 0.96 |
| 2 | 4.01 | 4.03 | 4.02 | 4.00 | 3.98 | 3.99 | 3.98 | 4.00 | 0.49 |
| 3 | 4.01 | 3.99 | 3.96 | 3.98 | 3.99 | 4.00 | 3.95 | 3.98 | 0.54 |
| 4 | 4.04 | 4.01 | 3.96 | 3.99 | 4.00 | 3.97 | 4.02 | 4.00 | 0.68 |
| 5 | 4.02 | 3.96 | 4.04 | 3.98 | 3.99 | 3.97 | 3.99 | 3.99 | 0.70 |
| 6 | 3.92 | 3.99 | 4.00 | 4.03 | 4.05 | 3.98 | 4.06 | 4.00 | 1.20 |
| 7 | 3.98 | 3.89 | 4.01 | 3.97 | 3.98 | 4.06 | 4.02 | 3.99 | 1.32 |
| 8 | 4.01 | 3.99 | 3.98 | 4.00 | 4.09 | 3.98 | 3.97 | 4.00 | 1.02 |
| 水平数 | 铑（质量分数）/%，n=7 | | | | | | | 平均值  % | RSD  % |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | 7 |
| 1 | 4.58 | 4.63 | 4.66 | 4.68 | 4.65 | 4.71 | 4.62 | 4.65 | 0.91 |
| 2 | 4.65 | 4.66 | 4.65 | 4.64 | 4.67 | 4.65 | 4.68 | 4.66 | 0.30 |
| 3 | 4.63 | 4.65 | 4.62 | 4.63 | 4.63 | 4.64 | 4.63 | 4.63 | 0.21 |
| 4 | 4.68 | 4.62 | 4.60 | 4.66 | 4.69 | 4.64 | 4.63 | 4.64 | 0.66 |
| 5 | 4.60 | 4.61 | 4.65 | 4.68 | 4.67 | 4.66 | 4.67 | 4.65 | 0.67 |
| 6 | 4.69 | 4.75 | 4.72 | 4.65 | 4.62 | 4.74 | 4.66 | 4.69 | 1.04 |
| 7 | 4.5 | 4.72 | 4.69 | 4.58 | 4.59 | 4.65 | 4.68 | 4.63 | 1.66 |
| 8 | 4.68 | 4.71 | 4.63 | 4.63 | 4.62 | 4.66 | 4.67 | 4.66 | 0.70 |