测试方法的精密度

方开泰、项可风、刘光仪著

中国标准出版社

测试方法的精密度

GB 6379—86的说明

方开泰 项可凤 刘光仪 著

中国标准出版社

内 容 提 要

本书是GB 6379--86《测试方法的精密度　通过实验室间试验确定标准测试方法的重复性和再现性》的宣贯资料。为便于标准的贯彻、实施，本书对制订该项标准的原则、数学原理作了必要的解释，对如何使用标准及使用标准时应注意的一些问题也作了说明。

本书可供有关行业的工程技术人员、管理干部及质检人员在使用标准时阅读、参考。

测试方法的精密度

GB 6379—86的说明

方开泰　项可风　刘光仪　著

责任编辑　云浪生

*

中国标准出版社出版

（北京复外三里河）

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

新华书店北京发行所发行　各地新华书店经售

*

开本 787×1092 1/32　印张 2 3/4　字数 59 000

1988年4月第一版　1988年4月第一次印刷

印数 1—4 500　定价 0.86 元

*

ISBN7-5066-0044-7/TB·011

*

标目 88—1

目　　录

GB 6379—86《测试方法的精密度　通过实验室间试验确定标准测试方法的重复性和再现性》的说明

GB 6379—86《测试方法的精密度　通过实验室间试验确定标准测试方法的重复性和再现性》已经发布，自1987年5月1日起实施。这是一项重要的基础标准。为了避免标准正文过于冗长，并使制订和使用测试方法标准的有关单位和工程技术人员、管理干部能够正确理解和使用这项标准，我们在这本小册子里对制订这项标准的原则，标准的数学原理及有关内容作一些必要的解释。

一、标准制订情况的说明

关于制订标准的情况要说明三点：1.为什么要制订这项标准；2.这项标准的作用；3.制订这项标准的原则。

1. 为什么要制订这项标准？

在工农业生产中，每种产品都有若干项质量指标，对产品进行质量检验时，每项质量指标都制订了相应的测试方法标准。在企业内检验和控制质量，在同行业内进行质量评比，在进出口贸易中，在生产方和使用方的质量验收过程中，都要使用标准测试方法。

对于可认为是相同的试样，在可认为是相同的条件下，用完全相同的方法进行测试，一般地说，无论在实验室内，还是在实验室之间，所得测试结果都会有一定的差异。这

是由于在测试过程中，某些影响测试结果的因素不可能全部受到控制，因而存在不可避免的随机误差。在整理测试数据时，必须考虑到这种误差。例如，将一个测试结果与某一规定值（如质量指标或标准样品的参照值）进行比较，或者将两批物料的测试结果进行比较时，只要两者之间的差值在随机误差范围之内，就不能认为两者在质量上有什么根本的差别。

测试方法的精密度是一个通称，它表明在确定条件下将测试方法实施多次所得结果之间的一致程度。重复性和再现性是表达测试方法精密度在不同情况下的两种度量法。重复性表示在尽可能不变的条件下（即在短期内在同一实验室由同一操作者使用相同的仪器设备对同一试样）所得测试结果的差异。再现性表示在变化很大的条件下（即在不同实验室由不同操作者用不同的仪器设备对同一试样）所得测试结果的差异。所以重复性 r 和再现性 R 是精密度的两个极端量度值，前者衡量测试结果的最小差异，后者衡量测试结果的最大差异。因而，在许多实际应用中，特别是在制订和修订测试方法标准时，用重复性 r 和再现性 R 来描述该测试方法的精密度是必要的。（测试方法精密度的某些中间量度法，例如在同一实验室中较长时间内的重复测试，或由不同操作者、或包括仪器重新校准的影响等情况，在这项标准中没有考虑）。

为了确定标准测试方法的重复性 r 和再现性 R 的数值而进行的试验称为精密度试验。为了保证在实验室间科学地组织精密度试验，为了保证通过试验所确定的重复性 r 和再现性 R 的数值达到一定精度要求，有必要制订这项标准，规定在实验室间进行精密度试验的组织形式、试验方

案和统计分析的基本原则。

2．这项标准的作用

国际标准化组织第69技术委员会（简称ISO/TC69）将制订有关测试方法精密度的一系列标准，我国也将相应地制订一系列标准，这项标准仅是其中之一。

这项标准的内容主要规定如何通过实验室间试验来确定标准测试方法的重复性 r 和再现性 R 的数值。在这项标准发布和实施之后，凡符合本标准应用范围的测试方法，在制订或修订方法标准时，都应专设“精密度”这一章。这一章和仪器、试剂等其他各章一样，是方法总体的组成部分。在“精密度”这一章内，应当概述精密度试验的情况（试验日期，参与试验的实验室数和水平个数等），公布精密度数值（即重复性 r 和再现性 R 的数值）或函数式。

精密度数值的实质是表示一个测试方法重复给出测试结果的能力。它是用完全相同的方法，在确定的条件下，去测试完全相同的试样所得两个结果之差所允许的临界差值。影响测试结果的随机误差越小，这种临界差值也越小，测试的精密度就越高。就同样的正确度来说，精密度高的测试方法显然优于精密度低的测试方法。所以，精密度数值是测试方法的质量指标，它是选择测量方法的依据，可以说：“精密度是测试方法的灵魂”。

精密度数值的应用及应用中的各种实际问题如何处理，将在另外的标准中叙述，以下仅举出应用的一些例子：

（1）在设计和选择测试方法时，可用 r 和 R 的数值作为方法的质量指标。

（2）可用于验证实验室实施的测试方法是否符合标准。

（3）可用于设计对产品质量进行检验和控制的方法。

（4）将一份试样的测试结果与产品规格值作比较，以判断是否符合产品规格的要求。

（5）设计产品规格时，应使质量指标与相应测试方法的 r、R 值与规格值相符。

（6）在生产方和使用方的质量验收过程中，将双方对相同试样的测试结果进行比较，以判断两者是否一致。

（7）对于可以相互比较的几种测试方法，可用 r 和 R 的数值来评价它们的适用性。

3. 制订这项标准的原则

制订这项标准的原则是：积极采用国际标准；结合我国实际情况；考虑到科学技术进步的现状。

（1）积极采用国际标准

积极采用国际标准是我国标准化工作的一项重要政策。这项标准参照采用了国际标准ISO 5725《测试方法的精密度——通过实验室间试验确定标准测试方法的重复性和再现性》，在数学原理、术语符号和计算公式等方面力求与国际标准的规定相一致，只在个别地方略有改进。

（2）结合我国实际情况

我们在编写标准时，在标准的内容方面，注意与我国有关国标协调一致。例如关于异常值的检验，就与ISO 5725有所不同；在试验的组织机构方面，注意适合我国体制的特点；在标准的结构与文字方面，注意具有我国标准的风格。考虑到我国标准只规定“应”怎么办，“必须”达到什么要求，“不得”如何等等，一般不回答为什么的道理，因此在第一章中只简述了标准的应用范围、应用条件，删去ISO 5725中有关数学模型的阐述，将标准的数学

模型及有关数学原理写在这本小册子里。

（3）考虑科学技术进步的现状

目前我国已经普及计算器，正在普及微机，考虑到这种情况，我们对ISO5725删去，增加和改变了一些内容。例如，按规则简约数据的计算方法已没有多大必要介绍，删去后可使标准的结构更紧凑；又如，增加了计算机程序作为附录，以利于迅速地进行统计分析；还有，在判断回归方程的函数类型时，将ISO5725规定的用描点法判断改为先计算二种常见函数类型后再比较判断，这样，不但在数学上是合理的，也便于计算机统一处理。

二、标准的数学原理

1．试验设计中的基本名词术语

为了把这项标准的数学模型讲清楚，首先介绍试验设计中的基本名词术语。

观测指标：试验的观测结果。若观测结果用多个数据表示叫多指标，只用一个数据表示的叫单指标。本标准适用于单指标，以y表示。

因素：影响观测结果的条件或原因称为因素。

因素分为两大类：一类是在试验中可以选择或试验前能够识别的因素，称为可控因素；另一类是在试验中不能选择或不能识别的因素，称为非控因素。非控因素中最主要的是随机因素或称误差因素。在试验中，随机因素大量存在着。

水平：因素在试验中所处的状态称为水平，出现多少状态就叫多少水平，例如温度为100℃、120℃、140℃、160℃称为温度的四个水平，又如钢材中铬的含量为0.52、

0.96、5.39、9.91、13.30称为铬的五个水平。

当试验方案中因素仅仅控制在一个状态（即一个水平）时，这种因素只影响试验结果的平均值大小，而不影响试验结果的方差。因此，这种因素通常不计算在试验的考察因素之内。试验的考察因素在试验方案中的水平数必须在2以上。在试验设计中，通常根据考察的可控因素多少来分类。

单因素试验：若试验中只有一个可控因素，就叫单因素试验，在方差分析中又称为一种方式分组的方差分析模型。

多因素试验：若试验中可控因素在二个以上，就叫多因素试验，在方差分析中又称为多种方式分组的方差分析模型。

2．一种方式分组的随机效应的方差分析模型

本标准的统计模型是一种方式分组的随机效应的方差分析模型，如何理解呢？

（1）试验的设计

在本标准所涉及的测试结果中，影响的因素有：

a．实验室；

b．实验室所用的仪器设备；

c．操作者；

d．试验的环境；

e．随机误差。

对这样一个问题，应当是四因素的方差分析。但a、b、c、d这四个因素均与实验室联系在一起，因此本标准把“实验室”作为一个因素，参与精密度试验的实验室数作为“实验室因素”的水平数，从而把多因素试验简化为单因素试

验来处理，形成了一种方式分组的方差分析模型。

（2）统计模型

① 非分割水平试验的情形

假定将同一种试样分发给p个实验室，要求各实验室用同一标准测试方法，由同一操作员在同一仪器设备上，在短期内重复测试若干次。

记n_i为第i个实验室的重复次数，y_{ik}为第i个实验室的第k次试验结果。

将y_{ik}分解为以下三部分，则得到一种方式分组的方差分析模型：

$$y_{ik} = m + B_i + e_{ik} \tag{1}$$

② 分割水平试验的情形

假定将水平值略有不同的两个系列试样分发给p个实验室，要求各实验室用同一标准测试方法，由同一操作员在同一仪器设备上，在短期内对A系列和B系列的试样各进行一次测试。

记y_{iA}、y_{iB}各为第i个实验室对A、B系列试样的测试结果。将y_{iA}、y_{iB}各分解为以下三部分，也可得到一种方式分组的方差分析模型：

$$y_{iA} = m_A + B_i + e_{iA} \tag{2}$$

$$y_{iB} = m_B + B_i + e_{iB} \tag{3}$$

$$m = \frac{1}{2}(m_A + m_B) \tag{4}$$

（3）模型中各项的含义

① 总平均值m

被测物料的总平均值m称为测试特性的水平，简称为水平值。纯度不同的化学试剂或不同的物料（例如不同型

号的钢）相当于不同水平。在许多情况下，测试特性的水平是由测试方法专门定义的，而不用真值的概念。但有时也可能用测试特性的真值μ 这个概念，例如被滴定溶液的真实浓度。水平值m不一定和真值相等，当存在差值（$m-\mu$）时，这个差值称为测试方法的偏倚。

② 模型中的B_i项

模型中的B_i项为第i个实验室的效应值，其值随不同的实验室而变化。对B_i作不同的假设可得到不同的模型。

如果试验的结果只限定在参与试验的p个实验室中使用，则B_i是一个常数，称上述模型为固定效应模型。

如果参与试验的p个实验室是从更大的实验室“总体”中随机抽取的一组“样本”，要把通过这p个实验室得到的统计规律推广使用到全体实验室，则B_i是随机变量，称上述模型为随机效应模型。

在本标准中B_i是随机变量，在试验中物料水平固定后只有“实验室”这一个因素，故称为一种方式分组的随机效应的方差分析模型。

③ 模型中的误差项e_{ik}

e_{ik}为第i个实验室第k次测试的随机误差，它也是随机变量。

（4）对模型的几点假设

① 在标准 1.3 应用条件中已说明：“本标准假设每一实验室对同一水平物料的测试结果是来自同一正态总体或近似正态总体”。即假设y_{ik}服从正态分布。

② 随机误差 e_{ik} 为相互独立相同正态分布的随机变量。

$$e_{ik}\text{的均值}\quad E(e_{ik})=0\quad i=1,\ 2,\ \cdots\cdots,\ p$$

$k=1, 2, \cdots\cdots, n_i$

e_{ik}的方差是在一个实验室内的方差,称为室内方差。在1.3应用条件中已假设，在同一物料试验中“参与试验的各实验室的室内方差基本一致”。

e_{ik}的方差　$D(e_{ik})=\sigma_r^2$　$i=1,2,\cdots\cdots, p$

$k=1,2,\cdots\cdots, n_i$

③ B_i为相互独立相同正态分布的随机变量。

B_i的均值　$E(B_i)=0$　$i=1,2,\cdots\cdots, p$

B_i的方差　$D(B_i)=\sigma_L^2$　$i=1,2,\cdots\cdots, p$

σ_L^2称为室间方差

④ $\{e_{ik}\}$ 与 $\{B_i\}$ 两组随机变量之间相互独立。

⑤ 在分割水平试验中,水平值略有不同的两个系列试验，其e_{iA}、e_{iB}的方差相等。

$D(e_{iA})=D(e_{iB})=\sigma_r^2$

3．模型中的参数估计

（1）非分割水平试验的情形

从以上可看出，模型中要估计的有m、σ_r^2、σ_L^2三个参数。我们从试验中直接得到的是一系列观测值y_{ik},怎样才能由一系列y_{ik}求出m、σ_r^2、σ_L^2的估计值呢？

首先按标准中3.1.4.1规定的表 1、表 2、表 3格式整理原始数据、单元平均值和单元方差。

对于m的估计，不难证明：m的一个最小方差无偏估计是

$$\hat{m}=\bar{\bar{y}}=\frac{\sum_{i=1}^{p}\sum_{k=1}^{n_i}y_{ik}}{\sum_{i=1}^{p}n_i}=\frac{\sum_{i=1}^{p}n_i\bar{y}_i}{\sum_{i=1}^{p}n_i}=\frac{T_1}{T_3}\qquad(5)$$

式中： $\overline{y_i}=\dfrac{1}{n_i}\sum\limits_{k=1}^{n_i} y_{ik}$

本标准规定用上述公式（5）求出m的估计值。

怎样估计σ_r^2和σ_L^2呢？我们用方差分析的方法，把一系列数据y_{ik}的总平方和分解为“实验室效应B_i”这个因素引起的平方和S_B与“随机误差e_{ik}”引起的平方和S_e这两部分，然后分别估计σ_r^2和σ_L^2。

① 平方和分解

全部试验数据的波动可以用总平方和S_T来反映。

$$
\begin{aligned}
S_T &= \sum_{i=1}^{p}\sum_{k=1}^{n_i}(y_{ik}-\overline{\overline{y}})^2 \\
&= \sum_{i=1}^{p}\sum_{k=1}^{n_i}(y_{ik}-\overline{y_i}+\overline{y_i}-\overline{\overline{y}})^2 \\
&= \sum_{i=1}^{p}\sum_{k=1}^{n_i}(y_{ik}-\overline{y_i})^2+\sum_{i=1}^{p}\sum_{k=1}^{n_i}(\overline{y_i}-\overline{\overline{y}})^2 \\
&\quad +\sum_{i=1}^{p}\sum_{k=1}^{n_i}2(y_{ik}-\overline{y_i})(\overline{y_i}-\overline{\overline{y}})
\end{aligned}
$$

式中：

$$
\begin{aligned}
&\sum_{i=1}^{p}\sum_{k=1}^{n_i}2(y_{ik}-\overline{y_i})(\overline{y_i}-\overline{\overline{y}}) \\
&= \sum_{i=1}^{p}2(\overline{y_i}-\overline{\overline{y}})\sum_{k=1}^{n_i}(y_{ik}-\overline{y_i}) \\
&= \sum_{i=1}^{p}2(\overline{y_i}-\overline{\overline{y}})(n_i\overline{y_i}-n_i\overline{y_i}) \\
&= 0
\end{aligned}
$$

令室内平方和 $$S_e=\sum_{i=1}^{p}\sum_{k=1}^{n_i}(y_{ik}-\overline{y_i})^2 \qquad (6)$$

室间平方和 $$S_B=\sum_{i=1}^{p}\sum_{k=1}^{n_i}(\overline{y_i}-\overline{\overline{y}})^2 \qquad (7)$$

则得到 $$S_T = S_e + S_B \tag{8}$$

② σ_r^2的估计

由统计模型 $y_{ik} = m + B_i + e_{ik}$

$$y_i = \frac{1}{n_i}\sum_{k=1}^{n_i} y_{ik} = \frac{1}{n_i}\sum_{k=1}^{n_i}(m + B_i + e_{ik})$$
$$= m + B_i + \bar{e}_i \tag{9}$$

式中：$e_i = \frac{1}{n_i}\sum_{k=1}^{n_i} e_{ik}$

由此得 $$S_e = \sum_{i=1}^{p}\sum_{k=1}^{n_i}(y_{ik} - \bar{y}_i)^2$$
$$= \sum_{i=1}^{p}\sum_{k=1}^{n_i}(e_{ik} - \bar{e}_i)^2$$

S_e的均值 $$E(S_e) = E\sum_{i=1}^{p}\sum_{k=1}^{n_i}(e_{ik} - \bar{e}_i)^2 \tag{10}$$

$$E\left[\sum_{k=1}^{n_i}(e_{ik} - \bar{e}_i)^2\right] = E\left[\sum_{k=1}^{n_i}(e_{ik}^2 - 2e_{ik}\bar{e}_i + \bar{e}_i^2)\right]$$
$$= \sum_{k=1}^{n_i}\left[E(e_{ik}^2) - 2E(e_{ik}\bar{e}_i) + E(\bar{e}_i^2)\right]$$

$E(e_{ik}^2) = D(e_{ik}) + [E(e_{ik})]^2$

在模型的假设中 $E(e_{ik}) = 0$

故 $$E(e_{ik}^2) = D(e_{ik}) = \sigma_r^2 \tag{11}$$

$$2E(e_{ik}\bar{e}_i) = 2E\left[e_{ik}\cdot\frac{1}{n_i}(e_{i_1} + e_{i_2} + \cdots\cdots e_{in_i})\right]$$
$$= \frac{2}{n_i}E\left[e_{ik}(e_{i_1} + e_{i_2} + \cdots\cdots e_{in_i})\right]$$
$$= \frac{2}{n_i}\left[E(e_{ik}e_{i_1}) + \cdots\cdots + E(e_{ik}^2)\right.$$
$$\left. + \cdots\cdots + E(e_{ik}e_{in_i})\right]$$

在模型的假设中e_{ik}相互独立，$E(e_{ik})=0$

故 $E(e_{ik}e_{ij})=E(e_{ik})E(e_{ij})=0 \quad (j\neq k)$

$$2E(e_{ik}\bar{e}_i)=\frac{2}{n_i}E(e_{ik}^2)=\frac{2\sigma_r^2}{n_i} \tag{12}$$

$$E(\bar{e}_i^2)=E\left[\frac{1}{n_i^2}(e_{i1}+e_{i2}+\cdots\cdots+e_{in_i})^2\right]$$

$$=\frac{1}{n_i^2}[E(e_{i1}^2)+E(e_{i2}^2)+\cdots\cdots+E(e_{in_i}^2)]$$

$$=\frac{1}{n_i^2}\cdot n_i\cdot\sigma_r^2=\frac{\sigma_r^2}{n_i} \tag{13}$$

由（11）、（12）、（13）得

$$E\sum_{k=1}^{n_i}(e_{ik}-\bar{e}_i)^2=\sum_{k=1}^{n_i}\left(\sigma_r^2-\frac{2\sigma_r^2}{n_i}+\frac{\sigma_r^2}{n_i}\right)$$

$$=(n_i-1)\sigma_r^2 \tag{14}$$

上述证明是仅从正态分布的角度给出的，还可利用x^2分布简述为：

由于 $e_{ik}\sim N(0,\sigma_r^2)$

故 $$\frac{\sum_{k=1}^{n_i}(e_{ik}-\bar{e}_i)^2}{\sigma_r^2}\sim x^2(n_i-1)$$

因此 $$E\frac{\sum_{k=1}^{n_i}(e_{ik}-\bar{e}_i)^2}{\sigma_r^2}=(n_i-1)$$

也可得到（14）式的结果。

所以，由式（10）、（14）式得到

$$E(S_e)=\sum_{i=1}^{p}E\left[\sum_{k=1}^{n_i}(e_{ik}-\bar{e}_i)^2\right]$$

$$=\sum_{i=1}^{p}(n_i-1)\sigma_r^2=(\sum_{i=1}^{p}n_i-p)\sigma_r^2$$

$$\sigma_r^2=E\frac{S_e}{\sum_{i=1}^{p}n_i-p}$$ 是σ_r^2的无偏估计

在本标准中，令$T_5=S_e=\sum_{i=1}^{p}\sum_{k=1}^{n_i}(y_{ik}-\bar{y}_i)^2$

$$T_3=\sum_{i=1}^{p}n_i$$

故σ_r^2的无偏估计为

$$\hat{\sigma}_r^2=S_r^2=\frac{T_5}{T_3-p} \qquad (15)$$

③ σ_L^2的估计

由（1）式及（9）式

$$y_{ik}=m+B_i+e_{ik}$$
$$\bar{y}_i=m+B_i+\bar{\bar{e}}$$

可得 $$\bar{\bar{y}}=\frac{1}{\sum_{i=1}^{p}n_i}\sum_{i=1}^{p}\sum_{k=1}^{n_i}(m+B_i+e_{ik})$$

$$=m+\frac{1}{\sum_{i=1}^{p}n_i}\sum_{i=1}^{p}n_iB_i+\frac{1}{\sum_{i=1}^{p}n_i}\sum_{i=1}^{p}\sum_{k=1}^{n_i}e_{ik}$$

$$=m+\bar{B}+\bar{\bar{e}}$$

因而，室间变差平方和

$$S_B=\sum_{i=1}^{p}\sum_{k=1}^{n_i}(\bar{y}_i-\bar{\bar{y}})^2$$