



中华人民共和国国家标准

GB/T 18865—2002

橡胶与橡胶制品 实验室间试验确定的 重复性值和再现性值置信区间

Rubber and rubber products—Confidence intervals for repeatability and
reproducibility values determined by inter-laboratory tests

(ISO/TR 11753:1992, IDT)



2002-10-15 发布

2003-04-01 实施



中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

前 言

本标准等同采用 ISO/TR 11753:1992《橡胶与橡胶制品 实验室间试验确定的重复性值和再现性值置信区间》(英文版)。

为了便于使用,本标准主要做了下列编辑性修改:

- a) 将‘本文’一词改为“本标准”;
- b) 删除国际标准的前言和引言;
- c) 用小数点‘.’代替作为小数点的逗号‘,’;
- d) 将国际标准中“适用领域”作为资料性附录(附录 E)“本标准适用领域”;
- e) 将国际标准中分散的“参考文献”合并在一个“参考文献”中;
- f) 页码和表的编号及公式编号的变化。

本标准的附录 A、附录 B、附录 C 和附录 D 均为规范性附录。

本标准的附录 E 为资料性附录。

本标准由国家石油和化学工业局提出。

本标准由全国橡胶与橡胶制品标准化技术委员会归口。

本标准负责起草单位:上海申雅密封件有限公司。

本标准主要起草人:陈海燕。

目次

前言 Ⅲ

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 置信区间的计算 1

4.1 重复性置信区间 1

4.2 再现性置信区间 4

5 示例 7

5.1 实验室间实验的策划 7

5.2 实验室间试验结果的评定 8

附录 A(规范性附录) 数学方程式的说明 9

A.1 方差分析 9

A.2 重复性方差的置信区间和自由度 10

A.3 再现性方差的置信区间和自由度 10

附录 B(规范性附录) χ^2 分位数的计算 16

附录 C(规范性附录) Bartlett 检验 17

附录 D(规范性附录) 公式中所用符号 18

附录 E(资料性附录) 本标准适用领域 20

参考文献 21



橡胶与橡胶制品 实验室间试验确定的
重复性值和再现性值置信区间

1 范围

从实验室间试验估计的精密度值会随这些试验的重复而变化。本标准规定了获得未知精密度值置信区间的一种方法。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

- GB/T 3358.1 统计学术语 第一部分 一般统计术语
- GB/T 3358.3 统计学术语 第三部分 试验设计术语
- ISO 5725-2 试验方法的精密度 实验室间标准试验方法重复性和再现性的确定

3 术语和定义

- 下列术语和定义适用于本标准。
- GB/T 3358.1 统计学术语 第一部分 一般统计术语
 - GB/T 3358.3 统计学术语 第三部分 试验设计术语
 - ISO 5725-2 试验方法的精密度 实验室间标准试验方法重复性和再现性的确定

4 置信区间的计算

4.1 重复性置信区间

通过用简单的分类和随机效应的方差分析，对 p 个实验室中第 i 个实验室进行 n_i 次测量的一个试验性能水平的实验室间试验结果进行评估。假设从这些实验室里得到的试验结果的偏差呈正态分布，便能从 χ^2 分布中计算出真实的重复性值 r' 的置信区间(见附录 A. 2)。

$$rA_{r,1} < r' < rA_{r,2} \dots\dots\dots (1)$$

商 r'/r 的真实的置信区间如下：

$$A_{r,1} < r'/r < A_{r,2} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$$A_{r,1} = \sqrt{\nu_2/\chi^2(\nu_2,Q)} \dots\dots\dots (3)$$

和

$$A_{r,2} = \sqrt{\nu_2/\chi^2(\nu_2,P)} \dots\dots\dots (4)$$

- 估计的重复性标准偏差 s_r
- 真实的重复性标准偏差 σ_r
- 估计的重复性限 $r=2.8s_r$
- 真实的重复性限 $r'=2.8\sigma_r$

实验室数量

第 i 个实验室测量的次数 ($i=1,2,\cdots,p$)

材料水平测量总数

重复测量的自由度

上限 χ^2 分位数的概率

下限 χ^2 分位数的概率

ν 和 p 的 χ^2 分布的分位数

χ^2 分位数 $\chi^2(\nu_2,P)$ 和 $\chi^2(\nu_2,Q)$ 可从标准文献的表中得到,也可以用附录 B 中近似公式。

χ^2 分位数由下式定义:

p

n_i

$N=\sum n_i$

$\nu_2=\sum n_i-p$

$P=0.05$

$Q=0.95$

$\chi^2(\nu,p)$

$$w[\chi^2 \leq \chi^2(\nu,P)] = P$$

..... (5)

即有一个自由度为 ν 的 χ^2 分布的随机变量 χ^2 小于或等于分位数 $\chi^2(\nu,P)$ 的概率, ν 和 P 如表中所列。

如果将概率选择为 $Q=1-(\alpha/2)=0.95$ 且 $P=\alpha/2=0.05$, 则对置信区间来说, 就得到 10% 的误差概率。即存在一个所求的商 r'/r 不包含在置信区间内 10% 的概率。

在正交情况下, 即 $n_i=n, i=1,2\cdots p$, 则下式为真:

$$N = pn$$

..... (6)

和

$$\nu_2 = p(n-1)$$

..... (7)

附录 B 给出的近似公式是用于计算对每个实验室的试验结果数为 $n=2,3,5$ 和 9 以及实验室个数为 $p=8\sim60$ 的置信限 $A_{r,1}$ 和 $A_{r,2}$ 。这些结果已在表 1 和图 1 中给出。

表 1 对 r'/r 的置信区间 $A_{r,1}$ 和 $A_{r,2}$

n	p	ν_2	$\chi^2(\nu_2,5\%)$	$\chi^2(\nu_2,95\%)$	$A_{r,1}$	$A_{r,2}$
2	8	8	2.73	15.51	0.72	1.71
2	10	10	3.94	18.31	0.74	1.59
2	12	12	5.23	21.03	0.76	1.52
2	14	14	6.57	23.68	0.77	1.46
2	16	16	7.96	26.30	0.78	1.42
2	18	18	9.39	28.87	0.79	1.38
2	20	20	10.85	31.41	0.80	1.36
2	25	25	14.61	37.65	0.81	1.31
2	30	30	18.49	43.77	0.83	1.27
2	35	35	22.47	49.80	0.84	1.25
2	40	40	26.51	55.76	0.85	1.23
2	50	50	34.76	67.50	0.86	1.20
2	60	60	43.19	79.08	0.87	1.18
3	8	16	7.96	26.30	0.78	1.42
3	10	20	10.85	31.41	0.80	1.36
3	12	24	13.85	36.42	0.81	1.32
3	14	28	16.93	41.34	0.82	1.29
3	16	32	20.07	46.19	0.83	1.26

表 1(续)

n	p	ν_2	$\chi^2(\nu_2, 5\%)$	$\chi^2(\nu_2, 95\%)$	$A_{r,1}$	$A_{r,2}$
3	18	36	23.27	51.00	0.84	1.24
3	20	40	26.51	55.76	0.85	1.23
3	25	50	34.76	67.50	0.86	1.20
3	30	60	43.19	79.08	0.87	1.18
3	35	70	51.74	90.53	0.88	1.16
3	40	80	60.39	101.88	0.89	1.15
3	50	100	77.93	124.34	0.90	1.13
3	60	120	95.70	146.57	0.90	1.12
5	8	32	20.07	46.19	0.83	1.26
5	10	40	26.51	55.76	0.85	1.23
5	12	48	33.10	65.17	0.86	1.20
5	14	56	39.80	74.47	0.87	1.19
5	16	64	46.59	83.68	0.87	1.17
5	18	72	53.46	92.81	0.88	1.16
5	20	80	60.39	101.88	0.89	1.15
5	25	100	77.93	124.34	0.90	1.13
5	30	120	95.70	146.57	0.90	1.12
5	35	140	113.66	168.61	0.91	1.11
5	40	160	131.76	190.52	0.92	1.10
5	50	200	168.28	233.99	0.92	1.09
5	60	240	205.14	277.14	0.93	1.08
9	8	64	46.59	83.68	0.87	1.17
9	10	80	60.39	101.88	0.89	1.15
9	12	96	74.40	119.87	0.89	1.14
9	14	112	88.57	137.70	0.90	1.12
9	16	128	102.87	155.40	0.91	1.12
9	18	144	117.27	173.00	0.91	1.11
9	20	160	131.76	190.52	0.92	1.10
9	25	200	168.28	233.99	0.92	1.09
9	30	240	205.14	277.14	0.93	1.08
9	35	280	242.25	320.03	0.94	1.08
9	40	320	279.56	362.72	0.94	1.07
9	50	400	354.64	447.63	0.95	1.06
9	60	480	430.20	532.08	0.95	1.06

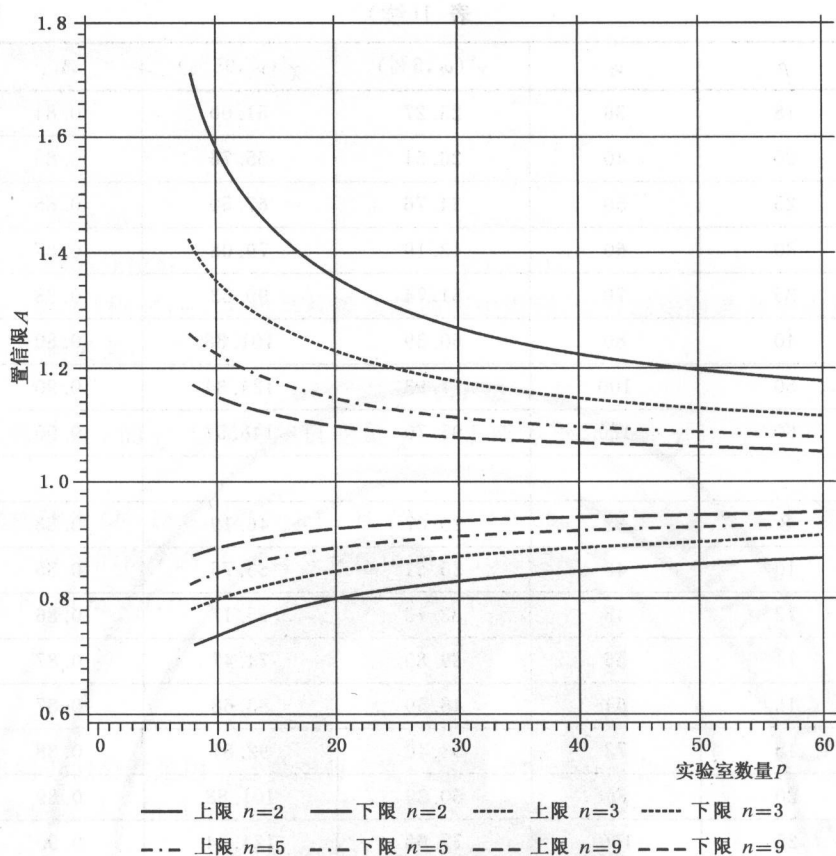


图 1 重复性置信限 (n=2,3,5 和 9)

4.2 再现性置信区间

χ^2 分布可以用于假设估计再现性限 R 的置信区间。但在这种情况下,它仅是近似的实际值(见附录 A 中 A.3)。在假定是正交的前提下,这种分布的自由度 ν_3 可从下列方程式中计算出:

$$\nu_3 = \frac{n^2(1+\gamma^2)^2\nu_1\nu_2}{(n+\gamma^2)^2\nu_2+(n-1)^2\gamma^4\nu_1} \dots\dots\dots(8)$$

如果从正交性中存在明显的偏差,即如果每个实验室测量的次数变化很大,就可使用附录 A 中 A3.2 给定的方法。自由度 $\nu_1=p-1$ 和 $\nu_2=p(\sum n_i-1)$ 可从实验室数 p 和每个实验室的测量次数 n_i 中获得。

自由度 ν_3 取决于另一个参数 γ' 或 g' :

$$\gamma' = \sigma_r/\sigma_L \dots\dots\dots(9)$$

或

$$g' = \sigma_r/\sigma_R \dots\dots\dots(10)$$

当真值 σ_r 、 σ_R 和 σ_L 未知时,可将估计值 s_r 、 s_R 和 s_L 作为近似值。用 $\gamma=s_r/s_L$ 估计 $\gamma'=\sigma_r/\sigma_L$,根据下式可得出 σ_R^2 或 s_R^2 (见 ISO 5725)的定义:

$$\sigma_R^2 = \sigma_L^2 + \sigma_r^2 \dots\dots\dots(11)$$

或

$$s_R^2 = s_L^2 + s_r^2 \dots\dots\dots(12)$$

因此

$$\gamma = \frac{s_r}{s_L} = \frac{s_r}{\sqrt{s_R^2 - s_r^2}} = \frac{g}{\sqrt{1 - g^2}} \dots\dots\dots(13)$$

$$g = \frac{s_r}{s_R} \dots\dots\dots(14)$$

在实验室间试验后,从式(13)计算出的 γ 可求出近似值 s_r^2 和 s_R^2 。为了确定实验室的数量,在策划实验室间试验时必须假设 γ (见 5.1)。

在计算了自由度 ν_2 后,可按 4.1 所述,类似于重复性限 r 的置信区间,得到再现性限 R 的置信区间。对于商 R'/R 的置信区间下式为真:

$$A_{R,1} < R'/R < A_{R,2} \dots\dots\dots (15)$$

其中

$$A_{R,1} = \sqrt{\nu_3/\chi^2(\nu_3,Q)} \dots\dots\dots (16)$$

$$A_{R,2} = \sqrt{\nu_3/\chi^2(\nu_3,P)} \dots\dots\dots (17)$$

注:在公式(4)中自由度 ν_3 通常不是一个整数。从 χ^2 表中读 χ^2 的分位数 $\chi^2(\nu_3,P)$,必须确定是插入还是取最接近的小一级的数。但也可将非整数值 ν_3 输入附录 B 给出的 χ^2 分位数近似公式中。

如果选择概率 $Q=1-(\alpha/2)=0.95$ 和 $P=\alpha/2=0.05$,置信区间就会有 10% 的误差概率,即所求商 R'/R 不能包括在置信区间内的概率为 10%。

为了计算出表 2 中的置信极限 $A_{R,1}$ 和 $A_{R,2}$,使用近似公式(15)有助于附录 B 中 χ^2 分布的近似公式。表 2 中 n 是每个实验室测试结果数, $n=2,5$ 和 15,实验室数量 $p=8\sim60$, $\gamma=0.05,0.33,0.67$ 和 1.00,图 2 中 $n=2$ 。

表 2 对 R'/R 的置信区间 $A_{R,1}$ 和 $A_{R,2}$

p	γ	g	$A_{R,1}$	$A_{R,2}$	$A_{R,1}$	$A_{R,2}$	$A_{R,1}$	$A_{R,2}$
			$n=2$		$n=5$		$n=15$	
8	0.05	0.05	0.71	1.80	0.71	1.79	0.71	1.79
10	0.05	0.05	0.73	1.64	0.73	1.64	0.73	1.64
12	0.05	0.05	0.75	1.55	0.75	1.55	0.75	1.55
14	0.05	0.05	0.76	1.48	0.76	1.48	0.76	1.48
16	0.05	0.05	0.77	1.44	0.77	1.44	0.78	1.44
18	0.05	0.05	0.79	1.40	0.79	1.40	0.79	1.40
20	0.05	0.05	0.79	1.37	0.79	1.37	0.79	1.37
25	0.05	0.05	0.81	1.32	0.81	1.32	0.81	1.32
30	0.05	0.05	0.83	1.28	0.83	1.28	0.83	1.28
35	0.05	0.05	0.84	1.25	0.84	1.25	0.84	1.25
40	0.05	0.05	0.85	1.23	0.85	1.23	0.85	1.23
50	0.05	0.05	0.86	1.20	0.86	1.20	0.86	1.20
60	0.05	0.05	0.87	1.18	0.87	1.18	0.87	1.18
8	0.33	0.31	0.71	1.73	0.72	1.69	0.72	1.68
10	0.33	0.31	0.74	1.60	0.74	1.57	0.75	1.55
12	0.33	0.31	0.76	1.51	0.76	1.49	0.76	1.48
14	0.33	0.31	0.77	1.45	0.78	1.43	0.78	1.42
16	0.33	0.31	0.78	1.41	0.79	1.39	0.79	1.38
18	0.33	0.31	0.79	1.37	0.80	1.36	0.80	1.35
20	0.33	0.31	0.80	1.35	0.81	1.33	0.81	1.33
25	0.33	0.31	0.82	1.30	0.82	1.28	0.83	1.28

表 2(续)

p	γ	g	$A_{R,1}$	$A_{R,2}$	$A_{R,1}$	$A_{R,2}$	$A_{R,1}$	$A_{R,2}$
			$n=2$		$n=5$		$n=15$	
30	0.33	0.31	0.83	1.26	0.84	1.25	0.84	1.25
35	0.33	0.31	0.84	1.24	0.85	1.23	0.85	1.22
40	0.33	0.31	0.85	1.22	0.86	1.21	0.86	1.21
50	0.33	0.31	0.87	1.19	0.87	1.18	0.87	1.18
60	0.33	0.31	0.88	1.17	0.88	1.16	0.88	1.16
8	0.67	0.56	0.73	1.62	0.76	1.51	0.77	1.47
10	0.67	0.56	0.76	1.51	0.78	1.43	0.79	1.39
12	0.67	0.56	0.77	1.44	0.79	1.37	0.80	1.34
14	0.67	0.56	0.79	1.39	0.81	1.33	0.82	1.30
16	0.67	0.56	0.80	1.35	0.82	1.30	0.83	1.28
18	0.67	0.56	0.81	1.32	0.83	1.28	0.83	1.26
20	0.67	0.56	0.82	1.30	0.83	1.26	0.84	1.24
25	0.67	0.56	0.83	1.26	0.85	1.22	0.86	1.21
30	0.67	0.56	0.85	1.23	0.86	1.20	0.87	1.18
35	0.67	0.56	0.86	1.21	0.87	1.18	0.88	1.17
40	0.67	0.56	0.86	1.19	0.88	1.17	0.88	1.16
50	0.67	0.56	0.88	1.17	0.89	1.15	0.89	1.14
60	0.67	0.56	0.89	1.15	0.90	1.13	0.90	1.12
8	1.00	0.71	0.75	1.54	0.79	1.39	0.81	1.32
10	1.00	0.71	0.77	1.45	0.81	1.33	0.83	1.27
12	1.00	0.71	0.79	1.39	0.82	1.29	0.84	1.24
14	1.00	0.71	0.80	1.35	0.83	1.26	0.85	1.22
16	1.00	0.71	0.81	1.32	0.84	1.24	0.86	1.20
18	1.00	0.71	0.82	1.29	0.85	1.22	0.87	1.18
20	1.00	0.71	0.83	1.27	0.86	1.20	0.87	1.17
25	1.00	0.71	0.84	1.23	0.87	1.18	0.89	1.15
30	1.00	0.71	0.86	1.21	0.88	1.16	0.90	1.14
35	1.00	0.71	0.87	1.19	0.89	1.15	0.90	1.12
40	1.00	0.71	0.87	1.17	0.90	1.13	0.91	1.11
50	1.00	0.71	0.89	1.15	0.91	1.12	0.92	1.10
60	1.00	0.71	0.89	1.14	0.91	1.11	0.92	1.09

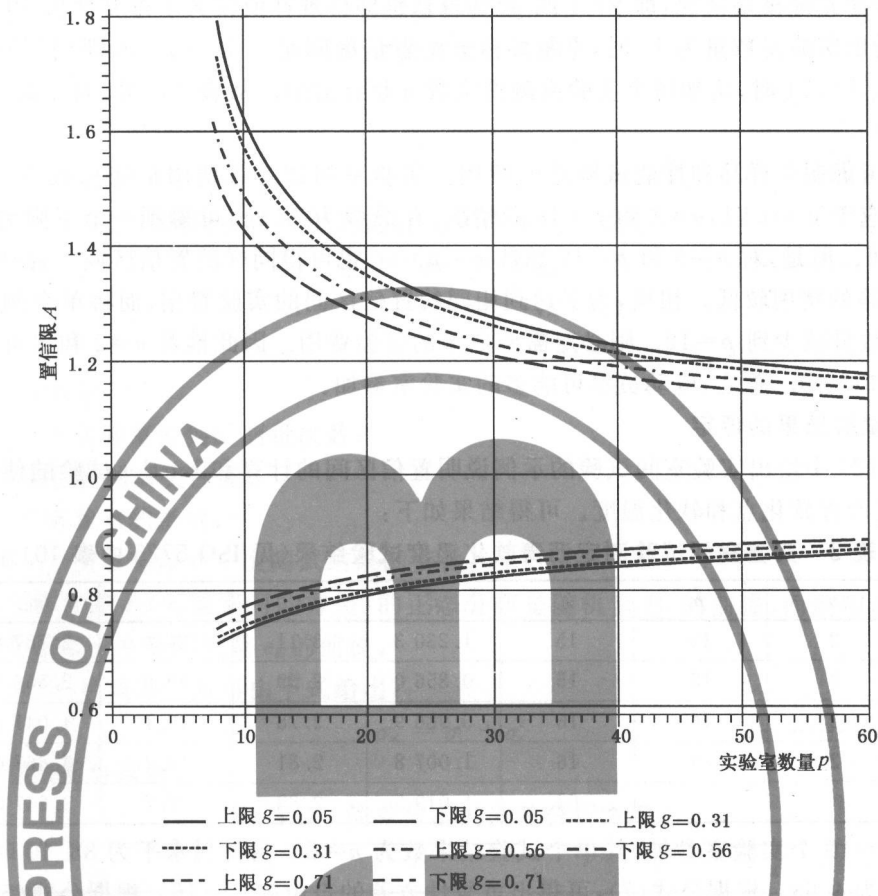


图 2 再现性置信限($n=2$ 和 $g=0.05、0.31、0.56、0.71$)

5 示例

5.1 实验室间实验的策划

在策划实验室间实验过程中,必须确定是否有足够的实验室数量 p 和每个实验室进行单独测量次数 n ,以便得到所需精密度的重复性方差 σ_r^2 和再现性方差 σ_R^2 。第 4 章中的表和图可用来作这些决定。ISO 5725 推荐的实验室数量应不少于 8 个。对我们这个示例,我们假设有 12 个实验室参加,而且每个实验室分别测定 2 次。重复性限 r 的置信区间可从表 1 和图 1 中获得。下限为 0.76,上限为 1.52,即预期变化到下限为 24%,到上限为 52%。如果各自的测量次数上升为 $n=9$,则该区间为 0.89~1.14 或下限为 11%和上限为 14%。

再现性 R 置信区间可从表 2 和图 2 中获得。但这里须考虑因数 $g=s_r/s_R$ 〔见 4.2 中的公式(13)和公式(14)〕。

当试验正在策划时,这个因数是未知的。在许多情况下 $g=0.5$ 。即再现性限 R 是重复性限 r 的两倍。在因数较大的情况下,如 $g=0.7$ 或 $\gamma=1$ 时,试验方法几乎无必要进行实验室间试验。也就是说,供需双方在对比测量方面没问题。但对一个好的试验方法来说,应具备 s_r 要小这一前提。对低于 $g=0.3$ 的小因数,则需采取行动改善试验方法的叙述及其协调性。

在我们的示例中我们假设了该因数的极端值。初始的 $g=0.05$,即再现性限为重复性限的 20 倍。当 $n=2$ 和 $p=2$ 时,再现性限的置信区间范围从 0.75~1.55,即到下限为 25% 和到上限为 55%。如果

再现性限准确度的目标为 20% 左右,则实验室的数量在 $n=2$ 时应增加至 $p=35$ 。每个实验室各自测量的次数 n 的增加,在 $g=0.05$ 时,实际上对重复性值的置信区间不会产生什么影响。

如果我们考虑其他极端情况,即 $\gamma=1$ 或 $g=0.71$,也即再现性值仅大于重复性值 30%,那么从表 2 和图 2 中可以看出实验室数量为 12 时,重复性值 r' 的置信区间是 0.79~1.39,即到下限为 21%,到上限为 39%。当 $g=0.71$ 时,增加每个实验室测量次数 n 是有益的。从表 2 可见,当 n 减少时,置信区间的上限随之下降。

因此,应当考虑制作样品和性能试验总的费用。实验室间试验总费用是随总数 $N=n \cdot p$ 而增加的。表 2 中,对应于 $g=0.71, n=2$ 和 $p=18$ 的情况,在总数为 36 时,可得到一个下限为 0.82,上限为 1.29 的置信区间。但是,对 $n=5$ 和 $p=12$ 总数 $n \cdot p=60$ 也可得同样的置信区间。此例表明,当 $n=2$ 和 $p=18$ 时,试验的费用较低。相反,为了达到相同的置信区间的实验费用,而将单个测量次数增加至 $n=5$,将实验室数量减少到 $p=12$ 。则必定需要更多的试验费用。因此推荐 $n=2$ 和尽可能多的实验室数量 p ,最好在 20~40。总之,应动员尽可能多的实验室参加。

5.2 实验室间试验结果的评定

参照 ISO 5725 中给出实验室间试验的示例说明置信区间的计算和 Bartlet 试验的使用。该试验的目的是为了测定沥青软化点和软化温度。可得结果如下:

表 3 实验室间试验测定沥青软化温度试验结果(见 ISO 5725 中表 10)

水平	n	p	ν_2	s_r^2	r	ν_3	s_R^2	R
88.40	2	15	15	1.230 3	3.11	21.4	2.787 8	4.68
96.27	2	15	15	0.856 0	2.59	19.5	2.550 4	4.47
97.07	2	16	16	0.986 9	2.78	19.1	4.041 4	5.63
101.96	2	16	16	1.007 8	2.81	19.7	3.667 0	5.36
95.92	—	—	62	1.019 5	2.83	79.7	3.247 5	5.05

$p=15$ 或 $p=16$ 个实验室参加,其单个试验结果数为 $n=2$ 。当材料水平为 88.40 时,重复性限是 3.11,再现性限为 4.68。根据公式(7),可得出重复性方差的自由度 $\nu_2=15$ 。根据公式(5)和公式(15),从 χ^2 分位数中计算出置信区间。对商 r'/r 可求得一个下限 0.77 和上限 1.44,即到下限变化为 23%,到上限的变化为 44%。同样,当 $g=0.66$ 和 $\nu_3=21.4$ 时,对再现性限 R/R' 可求得其变化到下限为 20% 和到上限为 34%。

用同样的方法,可计算出材料其他 3 个水平的置信区间的精密度值。如已在 ISO 5725 中所述,可对四个试验性能水平的方差求和。在 ISO 5725 中,这点可从 r 或 R 对材料水平 m 作的图中清楚地看到。在这些材料水平中, s_R^2 方差没有明显的差别这一事实更适合于用 Bartlett 检验来研究(见附录 C)。因为对 s_R^2 来说,自由度 ν_3 是已知的,所以这样做是可能的。得出的试验数量是 $\chi^2=1.38$,即该值小于 χ^2 分位数: $\chi^2(3;0.95)=7.82$ 。因此,在一个给定的 5% 误差概率下, s_R^2 值没有明显变化。同样,用 Bartlett 检验方法可以研究重复性方差 s_r^2 的差异。在这种情况下,也没有明显的差异。因此,可以证明形成方差的加权平均值,并用这些平均值来计算重复性和再现性的新值是合理的。这些新值在试验性能水平的整个范围内都是有效的。

由于求和也增加了自由度 ν_2 和 ν_3 ,因此总和 $\nu_2=62$ 和 $\nu_3=79.7$ 也可用作自由度,结果根据公式(1)和公式(15)得到一个较窄的置信区间。由此得到相应的重复性限的相对置信区间下限值为 13%和上限值为 18%,再现性限的相对置信区间下限值为 11%和上限值为 15%,以及重复性限的绝对置信区间为 2.5~3.3,再现性限的绝对置信区间为 4.5~5.8。因此,无需过分精确强调 r 和 R 的估计值。但应对这些数值进行相应的修正。在这个例子中,最终值应表示为 $r=2.8$ 和 $R=5.1$ 。应当指出,在表 3 中给出的 s_r^2 和 s_R^2 ,是全部自由度的加权平均值:

$$s_r^2 = \sum \nu_{2i} s_{ri}^2 / \nu_{2g} \quad \text{式中 } \nu_{2g} = \sum \nu_{2i} \quad \dots\dots\dots (19)$$
$$s_R^2 = \sum \nu_{3i} s_{Ri}^2 / \nu_{3g} \quad \text{式中 } \nu_{3g} = \sum \nu_{3i} \quad \dots\dots\dots (20)$$

附 录 A
(规范性附录)
数学方程式的说明

A.1 方差分析

根据 ISO 5725,对估计精密度可采用测定值 y_{ik} 的下列线性模型:

$$y_{ik} = m + B_i + e_{ik} \dots\dots\dots (A.1)$$

($i = 1, 2, \dots, p; k = 1, 2, \dots, n_i$)

式中:

- p ——实验室数量;
- n_i ——在第 i 个实验室得到的测量次数;
- m ——研究用材料的真实性能;
- B_i ——第 i 个实验室的影响;
- e_{ik} ——在第 i 个实验室做的 k 次测试结果的变化。

期望值为 0 和方差 σ_L^2 (实验室间的方差)的正态分布是随机量 B_i 的前提,而期望值为 0 和方差 σ_r^2 (重复性方差)的正态分布是随机量 e_{ik} 的前提。

根据 ISO 5725,再现性方差可由下式给出:

$$\sigma_R^2 = \sigma_L^2 + \sigma_r^2 \dots\dots\dots (A.2)$$

下列这种模型是有效的:

表 A.1 简单分组的方差分析方案¹⁾

	SQ	ν	s^2	F
实验室间	$SQ_1 = \sum n_i (y_i - \bar{y})^2$	$\nu_1 = p - 1$	$s_1^2 = SQ_1 / \nu_1$	s_1^2 / s_2^2
实验室内部	$SQ_2 = \sum \sum (y_{ik} - \bar{y}_i)^2$	$\nu_2 = N - p$	$s_2^2 = SQ_2 / \nu_2$	

式中:

- SQ——平方之和;
- ν ——自由度;
- s^2 ——方差;
- F——F 值。

第 i 个实验室的平均值:

$$\bar{y}_i = \sum y_{ik} / n_i \dots\dots\dots (A.3)$$

总平均值:

$$\bar{\bar{y}} = \sum \bar{y}_i / p \dots\dots\dots (A.4)$$

测量值的个数:

$$N = \sum n_i \dots\dots\dots (A.5)$$

在随机效应下进行方差分析,下列期望值有效:

$$E(s_1^2) = \bar{n}\sigma_L^2 + \sigma_r^2 \dots\dots\dots (A.6)$$

$$E(s_2^2) = \sigma_r^2 \dots\dots\dots (A.7)$$

1) 见参考文献中[1]和[2]。

和

$$\bar{n} = [N - (1/N) \sum n_i^2] / (p - 1) \dots\dots\dots (A.8)$$

在正交情况下,即如果每个实验室有相同的测量值个数时($n_i = n, i = 1, 2 \dots p$)

$$\bar{n} = n$$

根据公式(A.7),对 σ_r^2 而言, s_r^2 是一个无偏估计值。根据公式(A.6),对 σ_L^2 来说, $s_L^2 = (s_1^2 - s_2^2) / n$ 是一个无偏估计值。因此,从 $\sigma_R^2 = \sigma_L^2 + \sigma_r^2$ 可得出 σ_R^2 的无偏估计值 $s_R^2 = s_L^2 + s_r^2$ 。

A.2 重复性方差的置信区间和自由度

在采用的模型中,当随机量 e_{ik} 呈正态分布时,自由度为 ν_2 的 χ^2 分布和下列置信区间²⁾对随机量 $\nu_2 s_2^2 / \sigma_r^2$ 成立:

$$\chi^2(\nu_2, P) < \nu_2 s_2^2 / \sigma_r^2 < \chi^2(\nu_2, Q) \dots\dots\dots (A.9)$$

该置信区间由自由度为 ν_2 的 χ^2 分位数限定,其置信下限对应概率为 $P = \alpha / 2$,置信上限对应概率为 $Q = 1 - \alpha / 2$ 。

转换后可得:

$$s_2^2 (\nu_2 / \chi^2(\nu_2, Q)) < \sigma_r^2 < s_2^2 (\nu_2 / \chi^2(\nu_2, P)) \dots\dots\dots (A.10)$$

或当 $r' = 2.8\sigma_r$ 和 $r = 2.8s_r = 2.8s_2$ 时:

$$rA_{r,1} < r' < rA_{r,2} \dots\dots\dots (A.11)$$

式中:

$$A_{r,1} = \sqrt{\nu_2 / \chi^2(\nu_2, Q)} \dots\dots\dots (A.12)$$

$$A_{r,2} = \sqrt{\nu_2 / \chi^2(\nu_2, P)} \dots\dots\dots (A.13)$$

这里应当注意,现在 $P = \alpha / 2$ 为置信上限, $Q = 1 - \alpha / 2$ 为置信下限。

A.3 再现性方差的置信区间和自由度

A.3.1 χ^2 分布近似法

如果随机量 $\nu_3 s_R^2 / \sigma_R^2$ 的未知分布可用 χ^2 分布近似得到,则下式适合于求自由度³⁾:

$$\nu_3 = \frac{n^2 (1 + \gamma'^2)^2 \nu_1 \nu_2}{(n + \gamma'^2)^2 \nu_2 + (n - 1)^2 \gamma'^4 \nu_1} \dots\dots\dots (A.14)$$

式中: $\gamma' = \sigma_r / \sigma_L$

假设存在正交性,即 $n_i = n, i = 1, 2 \dots p$ 而且随机量 $\nu_1 s_1^2 / \sigma_1^2$ 和 $\nu_2 s_2^2 / \sigma_2^2$ 为独立的 χ^2 分布。

在公式(A.14)中,当真值 $\gamma' = \sigma_r / \sigma_L$ 未知时,只能插入近似值 $\gamma = s_r / s_L$ 。

然后,由自由度 ν_3 和 γ' 近似值,可得到一个再现性限 R' 的置信区间近似值。(如果 $R' = 2.8\sigma_R$ 和 $R = 2.8s_R$),用类似于 A.2 中 r 所用的方法:

$$RA_{R,1} < R' < RA_{R,2} \dots\dots\dots (A.15)$$

式中:

$$A_{R,1} = \sqrt{\nu_3 / \chi^2(\nu_3, Q)} \dots\dots\dots (A.16)$$

$$A_{R,2} = \sqrt{\nu_3 / \chi^2(\nu_3, P)} \dots\dots\dots (A.17)$$

这里 $P = \alpha / 2$ 为置信上限, $Q = 1 - \alpha / 2$ 为置信下限。

A.3.2 随机量 $\nu_3 s_R^2 / \sigma_R^2$ 的 χ^2 分布无假设估计

当随机量 $\nu_3 s_R^2 / \sigma_R^2$ 没有精确的 χ^2 分布,而且在明显偏离正交性的情况下,即使 $\nu_1 s_1^2 / \sigma_1^2$ 也不服从 χ^2

2) 见参考文献中[3]。
3) 见参考文献中[4]。

分布。在没有这些假设情况下,R. K Burdick、F. A. Graybill⁴⁾、J. D. Thomas 和 R. A. Hultquist⁵⁾ 推导出 σ_R 的置信极限,它的估计比 A. 2 所述的更精确。尽管如此,如果不用 χ^2 分布近似公式,就不能得到再现性方差 s_R^2 的自由度 ν_3 。

$$G = s_y^2 + (1 - \lambda)s_2^2 \dots\dots\dots (A. 18)$$

用 σ_R^2 作为估计值。其中:

$$s_y^2 = (\sum \bar{y}_i - (\sum \bar{y}_i)^2 / p) / (p - 1) \dots\dots\dots (A. 19)$$

$$\bar{y}_i = \sum y_{ik} / n_i$$

$$\lambda = (\sum 1 / n_i) / p \dots\dots\dots (A. 20)$$

在不能达到下限却能超过上限等概率 $\alpha/2$ 下对于给定误差概率 α 的 σ_R^2 得到下列置信区间:

$$G - (L_1^2 s_y^4 + (1 - \lambda)^2 L_2^2 s_2^4)^{1/2} < \sigma_R^2 < G + (H_1^2 s_y^4 + (1 - \lambda)^2 H_2^2 s_2^4)^{1/2} \dots\dots\dots (A. 21)$$

其中, $Q=1-\alpha/2$ 和 $p=\alpha/2$,

$$L_1 = 1 - (p - 1) / \chi^2(p - 1, Q) \dots\dots\dots (A. 22)$$

$$L_2 = 1 - (N - p) / \chi^2(N - p, Q) \dots\dots\dots (A. 23)$$

$$H_1 = (p - 1) / \chi^2(p - 1, P) - 1 \dots\dots\dots (A. 24)$$

$$H_2 = (N - p) / \chi^2(N - p, P) - 1 \dots\dots\dots (A. 25)$$

转换公式(A. 21)对商 R'/R 有:

$$(1 - L_3)^{1/2} < R'/R < (1 + H_3)^{1/2} \dots\dots\dots (A. 26)$$

式中:

$$L_3 = \sqrt{\frac{L_1^2 F_y^2 + (1 - \lambda)^2 L_2^2}{(F_y^2 + (1 - \lambda))^2}} \dots\dots\dots (A. 27)$$

$$H_3 = \sqrt{\frac{H_1^2 F_y^2 + (1 - \lambda)^2 H_2^2}{(F_y^2 + (1 - \lambda))^2}} \dots\dots\dots (A. 28)$$

$$F_y = s_y^2 / s_2^2 \dots\dots\dots (A. 29)$$

在正交情况下,即 $n_i = n, i = 1, 2 \dots p$,

$$\lambda = 1/n \dots\dots\dots (A. 30)$$

$$s_y^2 = s_1^2 / n \dots\dots\dots (A. 31)$$

$$F_y = F/n \dots\dots\dots (A. 32)$$

其中: $F = s_1^2 / s_2^2$

A. 3. 3 在 A. 3. 1 和 A. 3. 2 中估计值的对比

为了能对在 A. 3. 1 和 A. 3. 2 中给出的商 R'/R 的置信区间的估计值进行比较,引入下列符号。

$$A_{R,1} = A_{R,1,31} \text{ 见(A. 16)} \dots\dots\dots (A. 33)$$

$$A_{R,2} = A_{R,2,31} \text{ 见(A. 17)} \dots\dots\dots (A. 34)$$

$$(1 - L_3)^{1/2} = A_{R,1,32} \text{ 见(A. 27)} \dots\dots\dots (A. 35)$$

$$(1 + H_3)^{1/2} = A_{R,2,32} \text{ 见(A. 28)} \dots\dots\dots (A. 36)$$

置信区间的长度可从它们的差值中求得:

$$D_{31} = A_{R,1,31} - A_{R,2,31} \text{ 由程序 A. 3. 1} \dots\dots\dots (A. 37)$$

$$D_{32} = A_{R,1,32} - A_{R,2,32} \text{ 由程序 A. 3. 2} \dots\dots\dots (A. 38)$$

根据 A. 3. 1 和 A. 3. 2 从估计值求得的置信区间之间的差可用下式中商表示为:

$$Q = D_{32} / D_{31} \dots\dots\dots (A. 39)$$

4) 见参考文献中[5]。
5) 见参考文献中[6]。

此商是用表 A.1 中当 $n=2$ 时的各个 p 和 γ 值以及表 A.2 中当 $\gamma=0.33$ 时的各个 p 和 n 值来计算的。此商一般只比 1 大几个百分点,只有 6 种情况下超过 5%(在 $n=2, p=8$ 和 $\gamma=1$ 时乘 12%)。根据 A.3.2,过程越精确,置信区间长度越长。

虽然两种方法的结果只存在轻微的差异,但 A.3.1 中的理论更容易掌握。所以本标准推荐用 A.3.1 理论来估计再现性限 R' 的置信区间。

它还有另一个优点,即由于假设随机量为 $\nu_3 s_R^2 / \sigma_R^2$ 具有自由度 ν_3 服从 χ^2 分布, Bartlett 检验(见 5.2 和附录 C)能用于比较该 s_R^2 值,而 F 检验能用于比较两个 s_R^2 值。

表 A.2 $n=2$ 时, A3.1 和 A3.2 的理论对比

p	γ	$A_{R,1,31}^a$	$A_{R,1,32}^a$	$A_{R,2,31}^b$	$A_{R,2,32}^b$	D_{31}^c	D_{32}^d	Q^e
8	0.05	0.71	0.71	1.80	1.80	1.09	1.09	1.00
10	0.05	0.73	0.73	1.64	1.64	0.91	0.91	1.00
12	0.05	0.75	0.75	1.55	1.55	0.80	0.80	1.00
14	0.05	0.76	0.76	1.48	1.48	0.72	0.72	1.00
16	0.05	0.77	0.77	1.44	1.44	0.66	0.66	1.00
18	0.05	0.79	0.79	1.40	1.40	0.61	0.61	1.00
20	0.05	0.79	0.79	1.37	1.37	0.58	0.58	1.00
25	0.05	0.81	0.81	1.32	1.32	0.50	0.50	1.00
30	0.05	0.83	0.83	1.28	1.28	0.45	0.45	1.00
35	0.05	0.84	0.84	1.25	1.25	0.42	0.42	1.00
40	0.05	0.85	0.85	1.23	1.23	0.39	0.39	1.00
50	0.05	0.86	0.86	1.20	1.20	0.34	0.34	1.00
60	0.05	0.87	0.87	1.18	1.18	0.31	0.31	1.00
8	0.33	0.71	0.72	1.73	1.77	1.02	1.04	1.03
10	0.33	0.74	0.74	1.60	1.62	0.86	0.88	1.02
12	0.33	0.76	0.76	1.51	1.53	0.75	0.77	1.02
14	0.33	0.77	0.78	1.45	1.47	0.68	0.69	1.01
16	0.33	0.78	0.79	1.41	1.42	0.62	0.63	1.01
18	0.33	0.79	0.80	1.37	1.38	0.58	0.59	1.01
20	0.33	0.80	0.80	1.35	1.35	0.54	0.55	1.01
25	0.33	0.82	0.82	1.30	1.30	0.48	0.48	1.01
30	0.33	0.83	0.83	1.26	1.27	0.43	0.43	1.01
35	0.33	0.84	0.84	1.24	1.24	0.39	0.40	1.01
40	0.33	0.85	0.85	1.22	1.22	0.37	0.37	1.00
50	0.33	0.87	0.87	1.19	1.19	0.32	0.33	1.00
60	0.33	0.88	0.88	1.17	1.17	0.29	0.30	1.00

表 A.2(续)

p	γ	$A_{R,1,31}^a$	$A_{R,1,32}^a$	$A_{R,2,31}^b$	$A_{R,2,32}^b$	D_{31}^c	D_{32}^d	Q^e
8	0.67	0.73	0.75	1.62	1.71	0.88	0.95	1.08
10	0.67	0.76	0.77	1.51	1.57	0.75	0.80	1.06
12	0.67	0.77	0.79	1.44	1.48	0.66	0.70	1.05
14	0.67	0.79	0.80	1.39	1.43	0.60	0.63	1.04
16	0.67	0.80	0.81	1.35	1.38	0.55	0.57	1.03
18	0.67	0.81	0.82	1.32	1.35	0.52	0.53	1.03
20	0.67	0.82	0.83	1.30	1.32	0.48	0.50	1.03
25	0.67	0.83	0.84	1.26	1.28	0.43	0.44	1.02
30	0.67	0.85	0.85	1.23	1.24	0.38	0.39	1.02
35	0.67	0.86	0.86	1.21	1.22	0.35	0.36	1.01
40	0.67	0.86	0.87	1.19	1.20	0.33	0.33	1.01
50	0.67	0.88	0.88	1.17	1.18	0.29	0.29	1.01
60	0.67	0.89	0.89	1.15	1.16	0.26	0.27	1.01
8	1.00	0.75	0.78	1.54	1.66	0.79	0.88	1.12
10	1.00	0.77	0.79	1.45	1.53	0.68	0.73	1.09
12	1.00	0.79	0.81	1.39	1.45	0.60	0.64	1.07
14	1.00	0.80	0.82	1.35	1.40	0.55	0.58	1.06
16	1.00	0.81	0.83	1.32	1.36	0.50	0.53	1.05
18	1.00	0.82	0.83	1.29	1.33	0.47	0.49	1.04
20	1.00	0.83	0.84	1.27	1.30	0.44	0.46	1.04
25	1.00	0.84	0.85	1.23	1.26	0.39	0.40	1.03
30	1.00	0.86	0.87	1.21	1.23	0.35	0.36	1.03
35	1.00	0.87	0.87	1.19	1.20	0.32	0.33	1.02
40	1.00	0.87	0.88	1.17	1.19	0.30	0.31	1.02
50	1.00	0.89	0.89	1.15	1.16	0.27	0.27	1.02
60	1.00	0.89	0.90	1.14	1.14	0.24	0.25	1.01
a 置信下限:$A_{R,1,31}, A_{R,1,32}$。 b 置信上限:$A_{R,2,31}, A_{R,2,32}$。 c $D_{31}=A_{R,2,31}-A_{R,1,31}$。 d $D_{32}=A_{R,2,32}-A_{R,1,32}$。 e $Q=D_{32}/D_{31}$。								

表 A.3 $\gamma=0.33$ 时,A3.1 和 A3.2 的理论对比

p	n	$A_{R,1,31}^a$	$A_{R,1,32}^a$	$A_{R,2,31}^b$	$A_{R,2,32}^b$	D_{31}^c	D_{32}^d	Q^e
8	2	0.71	0.72	1.73	1.77	1.02	1.04	1.03
10	2	0.74	0.74	1.60	1.62	0.86	0.88	1.02
12	2	0.76	0.76	1.51	1.53	0.75	0.77	1.02
14	2	0.77	0.78	1.45	1.47	0.68	0.69	1.01
16	2	0.78	0.79	1.41	1.42	0.62	0.63	1.01
18	2	0.79	0.80	1.37	1.38	0.58	0.59	1.01
20	2	0.80	0.80	1.35	1.35	0.54	0.55	1.01
25	2	0.82	0.82	1.30	1.30	0.48	0.48	1.01
30	2	0.83	0.83	1.26	1.27	0.43	0.43	1.01
35	2	0.84	0.84	1.24	1.24	0.39	0.40	1.01
40	2	0.85	0.85	1.22	1.22	0.37	0.37	1.00
50	2	0.87	0.87	1.19	1.19	0.32	0.33	1.00
60	2	0.88	0.88	1.17	1.17	0.29	0.30	1.00
8	3	0.72	0.73	1.71	1.76	0.99	1.03	1.04
10	3	0.74	0.75	1.58	1.61	0.84	0.86	1.03
12	3	0.76	0.77	1.50	1.52	0.74	0.75	1.02
14	3	0.77	0.78	1.44	1.46	0.67	0.68	1.02
16	3	0.79	0.79	1.40	1.41	0.61	0.62	1.02
18	3	0.80	0.80	1.36	1.38	0.57	0.58	1.01
20	3	0.80	0.81	1.34	1.35	0.53	0.54	1.01
25	3	0.82	0.83	1.29	1.30	0.47	0.47	1.01
30	3	0.83	0.84	1.26	1.26	0.42	0.43	1.01
35	3	0.85	0.85	1.23	1.24	0.39	0.39	1.01
40	3	0.85	0.86	1.21	1.22	0.36	0.36	1.01
50	3	0.87	0.87	1.19	1.19	0.32	0.32	1.00
60	3	0.88	0.88	1.17	1.17	0.29	0.29	1.00
8	5	0.72	0.73	1.69	1.75	0.97	1.02	1.04
10	5	0.74	0.75	1.57	1.60	0.82	0.85	1.03
12	5	0.76	0.77	1.49	1.51	0.73	0.74	1.03
14	5	0.78	0.78	1.43	1.45	0.66	0.67	1.02
16	5	0.79	0.79	1.39	1.41	0.60	0.61	1.02
18	5	0.80	0.80	1.36	1.37	0.56	0.57	1.02