

ICS 83.060;83.140.01  
G 40



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 14838—2009/ISO/TR 9272:2005  
代替 GB/T 14838—1993

---

## 橡胶与橡胶制品 试验方法标准 精密度的确定

Rubber and rubber products—Determination of  
precision for test method standards

(ISO/TR 9272:2005, IDT)

2009-06-15 发布

2010-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局  
中国国家标准化管理委员会 发布

## 目 次

前言 .....	III
引言 .....	IV
1 范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 术语和定义 .....	1
4 应用领域 .....	5
5 精密度的确定：一水平精密度和二水平精密度 .....	6
6 组织实验室间试验方案的步骤 .....	7
7 一水平精密度分析程序概述 .....	9
8 一水平精密度：分析步骤 1 .....	12
9 一水平精密度：分析步骤 2 .....	15
10 一水平精密度：分析步骤 3——最终精密度结果 .....	15
11 二水平精密度：炭黑试验结果的分析 .....	15
12 试验方法标准中一水平和二水平精密度数据表的格式和精密度条款要求 .....	17
附录 A（规范性附录） 计算 $h$ 和 $k$ 一致性统计量 .....	20
附录 B（规范性附录） 精密度参数工作表计算公式——推荐的工作表布局和数据计算顺序 .....	23
附录 C（规范性附录） 被剔除离群值的替代值的计算程序 .....	28
附录 D（规范性附录） 精密度确定的实例——门尼黏度试验 .....	31
附录 E（资料性附录） GB/T 6379 的背景和精密度确定的新发展 .....	64
参考文献 .....	65

## 前 言

本标准等同采用国际标准 ISO/TR 9272:2005《橡胶与橡胶制品 试验方法标准精密度的确定》(英文版)。

本标准等同翻译 ISO/TR 9272:2005。

本标准代替 GB/T 14838—1993《橡胶与橡胶制品 试验方法标准精密度的确定》。

为便于使用,本标准还作了下列编辑性修改:

- a) “本技术报告”一词改为“本标准”;
- b) 用小数点“.”替代作为小数点的逗号“,”;
- c) 删除了国际标准技术报告的前言。

本标准与 GB/T 14838—1993 的主要差异:

——本次修订根据 ISO/TR 9272:2005 采用了曼德尔  $h$  和  $k$  统计法,而非 1993 版的科克伦和狄克逊法,因而章条结构和内容发生了重大变化,无对应关系,除下述修订内容外,全部为新内容;

——修改术语定义 6 条(1993 年版 3.1.1.1,3.1.1.2,3.1.1.3,3.1.2.2,3.1.2.5,3.1.2.6;本版 3.2.2,3.2.3,3.2.4,3.2.6,3.2.8,3.2.10);

——修改了组织精密度室间试验的方案(1993 年版第 5 章;本版第 6 章)。

本标准的附录 A,附录 B,附录 C 和附录 D 为规范性附录,附录 E 为资料性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国橡胶与橡胶制品标准化技术委员会(SAC/TC 35)归口。

本标准起草单位:中橡集团沈阳橡胶研究设计院。

本标准主要起草人:张艳芬。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 14838—1993。

## 引 言

国内试验方法的精密度标准主要是 GB/T 6379,这是一个基础标准,为确定重复性和再现性精密度以及准确度和关于被称为精度的偏倚的概念提供了基本的统计方法和计算法则。然而,在过去的 40 年中,GB/T 6379 的一些精密度确定的内容不适合橡胶制造工业和炭黑工业。

主要存在两个问题:

- a) 严格执行 GB/T 6379 与这两个工业中现行的操作程序和过去的试验历史相冲突;
- b) GB/T 6379 不满足橡胶与炭黑试验所特有的一些要求。

所以,虽然 GB/T 6379 是本标准必不可少的规范性引用文件,但并不能满足 ISO/TC 45 的需要。

本标准对过去几十年关于精密度确定的主要问题——许多试验方法的再现性(实验室间的差异)非常大——有一个更全面的解决方案。关于行业中许多基本试验方法存在非常差的实验室间一致性一直是常被讨论和令人震惊的问题。经验证明,较差的再现性通常只是由于小数量(百分数)的可能被指定为离群值实验室而引起的。本标准对消除或大幅度降低离群值影响的“稳健”分析方法进行了说明。关于这些问题和 GB/T 6379 的其他更详细的背景说明,参看附录 E。

本标准一共有 5 个附录,既是对正文的补充,也是对术语一章的补充。

——附录 A 定义了曼德尔  $h$  和  $k$  统计法,举例说明如何计算  $h$  和  $k$  统计量并给出其临界数据表。

——附录 B 给出重现性和再现性的计算公式,说明如何生成和使用精密度工作表中的 6 个表格。

——附录 C 概述了由  $h$  和  $k$  统计量剔除的离群值的替代值的计算程序。离群值替代而非剔除是一种由很少数量实验室和/或材料确定精密度的选择方法。

——附录 D 是一个实例,门尼黏度试验的精密度确定,说明了用  $h$  和  $k$  统计法判定为离群值并处理后而得的精密度数据库,同时举例说明了 GB/T 6379.2 所述的离群值鉴别和剔除过程中存在的一些问题。

——附录 E 提供一些关于 GB/T 6379、稳健分析和有关精密度确定的其他问题的背景信息。

附录 E 主要提供了充分理解精密度确定的重要的背景信息。附录 A,附录 B 和附录 C 包含本标准各个部分所要求操作的详细说明和程序。这些附录的应用,避免了本标准正文中有关说明的章节过长,从而可以更好地理解精密度确定中所包含的概念。

# 橡胶与橡胶制品 试验方法标准

## 精密度的确定

### 1 范围

本标准通过实验室间试验方案(ITP)确定橡胶制造工业和炭黑工业所使用的试验方法标准精密度提供指南。本标准采用 GB/T 6379 中基本单向分析的方差计算法则,尽可能使 GB/T 6379 的术语和定义不与过去历史相矛盾,不与这两个行业中精密度的确定程序相矛盾。虽然本标准没有确定偏倚,但它是理解精密度确定的一个基本概念。本标准不包括准确度和精度的确定,GB/T 6379 中包含这两个概念。

本标准提供了两种精密度的确定方法,它们被称为试图消除或大幅度降低离群值影响的“稳健”统计方法。第一种方法是“一水平精密度”程序,适用于橡胶制造工业的所有试验方法,第二种方法则是一水平精密度程序的一个特殊情况,称为“二水平精密度”程序,适用于炭黑工业试验。两者使用相同的均匀水平实验设计和曼德尔  $h$  和  $k$  统计法对潜在的离群值精密度数据库进行检查。然而,它们采用略有不同的剔除程序处理作为离群值的不协调数据值。“二水平精密度”程序在每个数据库单元或材料/实验室组合的复制数量方面是独特的。

### 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 6379(所有部分) 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度)[idt ISO 5725(所有部分)]  
ISO 3534-1 统计 词汇和符号 第1部分:概率和一般统计术语

### 3 术语和定义

#### 3.1 通则

对本标准而言,3.3 中给出的术语和定义与 3.2 中修改的 GB/T 6379 中的术语和定义都适用。关于某些精密度类型的其他术语在 5.3 中有说明。通过在该条款中给出关于所要试验材料性质的定义可以更好地理解这些术语。

#### 3.2 GB/T 6379 中的术语

GB/T 6379 中的术语,一般引自 ISO 3534-1,在下列情况下适用:

- 其定义不与 ISO/TC 45 试验方法标准精密度确定的综合处理所要求的程序相矛盾;
- 当它们适于给出资料性和增进理解定义的任务时。

在本节中,对 GB/T 6379 中的术语增加了注解,以便更深入地理解 ISO/TC 45 试验方法的精密度确定。

##### 3.2.1

**公认参照值** accepted reference value

用作比较的经协商同意的标准值,它来自于:

- 基于科学原理的理论值或确认值;
- 基于一些国家或国际组织的实验工作的指定值或认证值;

- c) 基于科学或工程组织赞助下合作实验工作中的同意值或认证值;
- d) 当 a), b) 和 c) 不能获得时, 则用(可测)量的期望, 即规定测量总体的均值。

### 3.2.2

#### 试验结果 test result

用规定的试验方法获得的特性值。

注: 试验方法宜指明测量、测定或观测是一个还是多个, 报告的试验结果是观测值的平均数还是它的其他函数(例如中位数或标准差)。它可以要求按适用的标准进行修正, 例如气体容积的修正等。

### 3.2.3

#### 准确度 accuracy

试验结果与公认参照值间的一致程度。

注: 术语准确度, 当用于一组试验结果时, 是由随机误差分量和系统误差即偏倚分量组成。

### 3.2.4

#### 偏倚 bias

试验结果的期望与公认参照值之差

注: 与随机误差相反, 偏倚是系统误差的总和。偏倚可能由一个或多个系统误差引起。系统误差与公认参照值相差越大, 偏倚就越大。

### 3.2.5

#### 实验室偏倚 laboratory bias

一个特定的实验室的试验结果的期望与公认参照值之差。

### 3.2.6

#### 精密度 precision

在规定条件下, 独立试验结果间的一致程度。

注 1: 精密度(对于同一实验室条件即重复性)仅仅依赖于随机误差的分布, 而与真值(公认参照值)或规定值无关。关于全局试验区域(实验室间条件), 参看下面的 3.3.1, 实验室间精密度(再现性)受实验室偏倚以及这种全局试验区域内所固有的随机误差的影响。

注 2: 精密度的度量通常以不精密度表达, 其量值用试验结果的标准差来表示。精密度越低, 标准差越大。

注 3: “独立试验结果”指的是对相同或相似的试验对象所得的结果不受以前任何结果的影响。

注 4: 精密度的定量的测量严格依赖于规定的条件(试验区域的类型)。重复性和再现性条件为其中两种极端情况。

注 5: 此外, 精密度可定义为“品质因数”。对于规定的试验区域, 如标准差所预计的, 它与独立重复(试验或观测)值分散度的倒数成正比。

### 3.2.7

#### 重复性条件 repeatability condition

在同一实验室, 由同一个操作者使用相同的设备, 按相同的试验方法, 在短时间内对同一试样(或元件)相互独立进行的试验条件。

注: 如在 3.3.1 中所定义, “局部试验区域”是进行重复性试验所在的场所或环境(在一个特定实验室内)。“相同”一词应指“标称相同”, 即试样之间无故意差别。试验结果的重复性测量之间的“时间间隔”可由具体试验组织协商选择。对于 ISO/TC 45 和国际橡胶制造工业, 重复性试验之间的时间间隔约为 1 d~7 d。

### 3.2.8

#### 重复性 repeatability

在重复性条件下的精密度。

注 1: 重复性, 用符号  $r$  表示, 为标准差倍数的区间, 该区间(基于 95% 概率水平)包含在规定的局部试验区域所得独立试验结果的二倍。

注 2: 相对重复性( $r$ )为测量性能平均值的百分数(多倍标准差)的区间, 该区间应(基于 95% 概率水平)包含在规

的局部试验区域所得的独立试验结果(百分数)。

注3:重复性可视测量性能的大小或水平而定,通常报告具体的性能水平或决定性能水平的材料或元件类别。

注4:虽然按上述定义的重复性适用于局部试验区域,但是可由两种不同的方式获得,并且术语重复性可用于两种不同的领域。可适用于公共团体值,是在 $N$ 个不同实验室当中用实验室间试验方案(ITP)作为来自所有实验室的平均(或合并)值而获得的值。这可称为通用的或全局的重复性,适用于代表全局实验区域一部分的所有实验室的“代表性实验室”。也可适用于某一“具体实验室”的长期或确认值,由该实验室正在进行的试验获得的,与任何ITP没有联系。这第二种用法可称为局部重复性,即在或由一个实验室所获得的重复性。

### 3.2.9

#### 再现性条件 reproducibility conditions

在不同的实验室,由不同操作者使用不同的设备,按相同的试验方法,对同一试样(或元件)相互独立进行的试验条件。

注1:在全局试验区域(见3.3.1.5)内的每个实验室(或场地)对一种材料(目标材料)进行 $n$ 次重复性试验,并根据 $N$ 个实验室的( $n$ 个局部试验区域试验的)平均值确定该种材料的再现性。再现性也可依据于测量性能的水平或所试验的材料,并且它通常也报告为具体性能水平或材料的再现性。

注2:术语“不同的设备”应解释为公认的和标准的不同试验装置,即所有的试验装置都是标称相同的,但处于不同的实验室内。

### 3.2.10

#### 再现性 reproducibility

在再现性条件下的精密度。

注1:再现性, $R$ (对于规定的全局试验区域)由 $N$ 个实验室(每个实验室 $n$ 次重复)对标称相同的试样所进行的独立试验获得,表示为标准差倍数的区间;该区间应(基于95%概率水平)包含在规定的全局试验区域由不同实验室所得独立试验结果二倍。

注2:相对再现性( $R$ ),表示为测量性能平均值的百分数(多倍标准差)的区间,该区间应(基于95%概率水平)包含在规定的全局试验区域由不同实验室所得独立试验结果(百分数)。

注3:再现性也依据于测量性能的水平或所试验的材料,并且通常也报告为具体性能水平或材料的再现性。再现性通常没有上述关于重复性所讨论的双重解释或用法,因为它只是一个适用于全局试验区域的一些实验室之间的“组合特性”。

注4:如注1所表明,再现性由全局试验区域的随机误差的大小以及同一全局试验区域的偏倚成分的分散度确定。具有良好一致性的实验室,其偏倚为零或很小。与公认参照值或ITP总平均值没有良好平均值一致性的实验室,具有很大的偏倚,虽然每个实验室偏倚大小相对恒定,但是在有偏倚的实验室之间是不同的,即它具有分布特性。

### 3.2.11

#### 离群值 outlier

一组值内,与其他值不一致的值。

注:本ISO/TC 45标准将“组”定义为被测量的“元件类别”。参看下面3.3.1中定义的元件和元件类别。

### 3.3 GB/T 6379 中没有规定的术语

许多特殊的术语在这里按系统顺序从简单至复杂相继被定义。简单的术语用于定义稍微复杂的术语,由此生成最简洁明确的定义。

#### 3.3.1 基本试验术语

##### 3.3.1.1

#### 元件 element

为了测定性能或特性而被试验或观测的实体,它可以是一组物体(试样等)中的单件物体或增量或部分质量(或体积)材料。

注:通用术语元件有一些同意词:物品、试片、试样、部分、等分部分、子样本、实验室样本。

3.3.1.2

**元件类别 element class(class of elements)**

具有共同来源或具有标称相同性能的一组元件的类别或说明性名称。

注：术语“标称相同”是指元件在所测量的性质方面尽可能具有相似来源。

3.3.1.3

**试验区域 testing domain**

进行试验的场地和操作条件；它包括元件(试验样本或试片)制备，试验设备(校准、调节、设定)，所选择的试验方法和周围环境的描述。

3.3.1.4

**局部试验区域 local testing domain**

是由用来进行质量控制和内部开发或评估程序的具有代表性的特定区域或实验室组成的区域。

3.3.1.5

**全局试验区域 global testing domain**

包含两个或多个生产厂-用户试验，产品验收和实验室间试验方案的具有代表性的特定区域或实验室组成的区域。

3.3.1.6

**平衡均匀水平设计 balanced uniform level design**

实验室间试验方案的精密度设计，其中，所有实验室试验该方案选择的所有材料，每个实验室对每种材料进行相同次数( $n$ )的重复试验。

3.3.2 材料和取样术语

3.3.2.1

**材料 material**

所要试验的特定实体或元件类别，通常以散装形式(固体、粉末、液体)存在。

注：材料用作说明所试验“元件类别”的通用术语，即材料可以为橡胶、橡胶配料、炭黑、橡胶化学助剂等。材料可以是也可以不是同质的。在制品试验中，材料术语可用于说明“元件类别”或橡胶制品的类别例如 O 形圈、软管组合件、发动机座等。参看 5.3 中“目标材料”的定义。

3.3.2.2

**批 lot**

规定质量或体积或数量的材料，通常由同一过程生成，常常具有公认的成分或性能范围。

注：一批可通过常规的生产(或自然)过程在规定的时间内生成，通常由有限的规格或数量构成。一批可为总量的分数部分。公认的性能范围系指现有的一些粗略近似值。

3.3.2.3

**样本 sample**

(实体样本)按具体程序选取，用于测定材料、批或总量的特性的元件或规定质量的材料。

注：术语“样本”不应用作“材料”或“目标材料”的同义词见 5.3。理想情况是，在任何实验室间试验方案中试验若干种“材料”，每种材料在化学、结构、性能方面是不同的。从每一种材料中，可选取一定数量标称相同的“样本”进行试验。

3.3.2.4

**样本 sample**

(数据)通过应用特定的试验(观测)方法从一个或多个实体样本所获得的一些试验或观测值( $n=1,2,3$  等)。

3.3.2.5

**试验样本 test sample**

为化学或其他分析试验所选取的所有类型的(实体)样本的一部分，通常带有规定的混合或其他程序。

注：试验样本的质量或体积通常是一批材料非常小的相等部分。

## 3.3.2.6

**试片 test piece**

取自样本(或批),用于物理或机械性能试验的(适当成型和制备的)物体。

注:术语“试样”是试片的同义词。

## 3.3.3 其他与精密度有关的统计术语

## 3.3.3.1

**重复 replicate**

取自样本的一定数量的独立等分部分或一定数量的元件之一,对每个等分部分或元件进行试验。

注:上述定义的术语重复系指实体物体(元件)。它也可用于表示数据集,系指一些独立数据值。

## 3.3.3.2

**真值 true value**

元件的测量或观测的值,是一个试验区域在没有任何类型的误差、偏差或差异存在即没有“原因系”差异的情况下获得的值。

注:真值也定义为试验任一总量的所有数量试样所获得的平均值,典型的“原因系”是在一个受控的试验区域内在温度、湿度、操作者的技术、校准精确度等方面不可避免的波动。

## 3.3.3.3

**不确定度 uncertainty**

用相对的方式表征测量或观测的“品质因数”的量;对于一给定的局部区域,它是元件测量值与公认参照值之差的幅度,包括随机误差和系统误差。

注:这里所给出“不确定度”的定义试图理解概念的一般性质,它是由一些涉及该概念的组织等效地但使用不同的语言加以定义。如上定义的词“不确定度”不同于该词的普通用法。如所表明的“良好”或“优良”与“不确定度”(对测量的怀疑)成相对关系。不确定度是局部试验区域的特征;进行任一规定试验的每个局部试验区域可能有不同的不确定度值。用典型的实验室内试验方案确定的精密度(重复性和再现性)是全局试验区域的特征;在任何实验室内试验方案中所获得的精密度值是普遍适用的,即应用于一组实验室。

## 4 应用领域

## 4.1 一般背景

本标准适用于试验结果由定量的连续变量表示的试验方法。它一般限于正规制定的并且在一些实验室内日常使用的试验方法。

试验依据标准试验方法进行,生成试验数据,为商业、技术和科学目的做出技术和其他决策。因此,具体试验方法的精密度是试验方法和决策过程的一个重要的质量特征或品质因数。

试验方法精密度的确定通常应具有两个条件:(1)选择该方法常用的一些代表性材料;(2)对试验方法有经验的一组自愿参加试验的实验室。对于这些材料和实验室的试验方法而言,精密度确定是一种“及时事件”。稍微不同的材料甚至相同的材料由同一实验室在不同的时间所进行的实验室间试验方案所生成的精密度结果可能与最初的实验室间试验方案不同。

重复性和再现性标准差估计值的显著性区间在 GB/T 6379 中介绍,不构成本标准的一部分。GB/T 6379 中精密度参数显著性区间的处理,假定重复性和再现性标准差的各个值的固有变异(在一评价方案系列中),可归因于正态分布情况下试验数据的随机误差。但是,参考文献[1]、[2]、[3]和[4]和其次文献的经验已证明,在一典型实验室间试验方案的实验室之间较差的再现性归因于实验室间的偏倚。与参照值以及所有试验中的其他实验室相比,某些实验室几乎总是或低或高。对于有这种偏倚的实验室而言,这种偏置或偏倚显然是不同的。这不同于与正态分布所要求的参照值相比的随机误差。所以,根据随机模型为主要的精密度参数再现性而计算的任何显著性区间是无效的。

将某一具体试验方法的精密度结果应用于消费者与生产者产品验收的试验时应特别小心。产品验

收程序应根据专门用于商品化产品和进行这类试验的有关各方实验室的专门方案所获得的精密度数据确定。

另一个与试验方法技术性能指标有关的概念是“试验灵敏度”。试验灵敏度是基本测量性能的辨别能力与测量性能误差或标准差之比。

**4.2 重复性与再现性规定**

重复性和再现性分别为各自标准差的特定倍数的一个区间或范围。重复性,  $r$ , 由式(1)给出:

$$\text{重复性} = r = \phi 2^{1/2} s_r \dots\dots\dots (1)$$

式中,  $s_r$  = 合并(所有实验室的)“实验室内”标准差。

再现性,  $R$ , 由式(2)给出:

$$\text{再现性} = R = \phi (2)^{1/2} s_R \dots\dots\dots (2)$$

式中:  $s_R$  = (1)实验室间方差(由每个实验室  $n$  个值的平均数计算得出)和(2)合并的实验室内方差(每个实验室  $n$  个值的方差)之和的平方根(或标准差)。

(2)<sup>1/2</sup>项是  $r$  和  $R$  在 5% 概率水平或 95% 置信区间下, 偶然或随机出现的两个单个试验结果之间的最大差。从总数值中随机抽取的两个值的差( $x_1 - x_2$ )的方差等于从相同总数值中一次取一个( $x$ )值的方差之和。由于有两个  $x$  值, 根据标准差的计算公式, 方差之和就是  $x$  值乘以 2 再平方根置于该项的方差。这个意义上, 每个  $x$  值代表任一具体试验方法标准所确定的“试验结果”。

所以, (2)<sup>1/2</sup>  $s_r$  是差的标准差。系数  $\phi$  既取决于估算两个标准差中任一偏倚中的总的自由度, 也取决于随机偏倚和随机误差的分布图形。上述结论的正态假设是(1)分布是单峰的, (2)试验结果的数量是足够的(大约 20 个), (3)概率水平  $P=0.05$  或置信区间为 95%。在这些假设条件下,  $\phi$  值近似等于  $t$ -值或约为(2,0) $t$  分布值, 于是,  $r$  和  $R$  的简化公式为式(3)、式(4):

$$\text{重复性} = r = 2.83s_r \dots\dots\dots (3)$$

$$\text{再现性} = R = 2.83s_R \dots\dots\dots (4)$$

更多细节, 参看 3.2 中重复性和再现性定义中的注解。

**5 精密度的确定: 一水平精密度和二水平精密度**

**5.1 一水平精密度**

精密度级别: 一水平精密度和二水平精密度。首先讨论一水平精密度, 一水平精密度的确定是根据过去 20 年间全世界橡胶制造业采用的确定的程序: 通过采用的平衡均匀水平设计实验室间试验方案, 用 3 个或多个分配给每个参加实验室的材料, 在 2 个试验日的每一天进行试验, 以生成独立的“试验结果”的方式进行。对实验室间试验方案数据库用曼德尔  $h$  和  $k$  一致性统计方法进行离群值检验(见附录 A):

- a) 关于离群值的选择方法——如果没有离群值, 那么就用原数据库确定一个精密度结果表。如果在任一实验室间试验方案数据库中发现离群值, 有两种选择方法来处理离群值。选择方法 1, 剔除离群值, 是首选。选择方法 2, 替代离群值, 适用于较少数量实验室(约 6 个)的实验室间试验方案。诸如试验日的重复值的数量和/或进行试验的技术员或操作者的人数这类问题, 都是具体试验的特征, 由实验室间试验方案组织委员会逐一考虑。离群值的处理在附录 A、附录 C、附录 D 和附录 E 中有更详细的说明。
- b) 试验方法的类型——一水平精密度已成功地用于各种橡胶制造业所特有的试验方法。从用几分钟内完成的简单试验如硬度和 pH 试验, 到复杂的多步骤试验如老化试验, 老化试验需要测定老化前的性能, 经过一段相当长的老化时间(几天)后, 再测定老化后的性能, 以获得最终的试验结果或性能指数。对于这种复杂的试验, 任一实际的精密度确定应包括所有程序步骤才能得到试验结果, 这是精密度分析和确定所用的基本数据。精密度确定程序的一般要求在第 8 章、第 9 章和第 10 章说明。

## 5.2 二水平精密度

炭黑工业采取稍做修改的精密度确定程序,称为“二水平精密度”。在平衡均匀水平设计实验室间试验方案中,每个单元的重复数量规定为4个,两个试验者每人负责2个。离群值用实验室间试验方案中实验室的数量决定的专门程序检验,精密度、绝对值或相对值由规定的程序表示。这一精密度的程序在第11章中说明。

## 5.3 一水平与二水平精密度类型

除了上述老化试验外,其他试验也要求较复杂的操作顺序,以生成最终的试验结果。这种类型的一项重要试验是“橡胶性能”试验:标准配方中的各种橡胶、补强填料或其他配合材料的评估。例如一批次橡胶的应力-应变评估将要求:

- a) 选有代表性的橡胶样本;
- b) 使用标准原材料制备胶料,包括所采用的标准配方设计和混炼操作程序;
- c) 用选择的时间和温度制备硫化模制胶片的这种胶料的加工;
- d) 裁切和测量哑铃状(或其他)试片;
- e) 对这些试片进行试验,以获得定伸应力、伸长率和拉伸强度性能最终试验结果。

为使橡胶性能试验的实际精密度的确定成为可能,从原材料开始到最后试验结果,重复所有操作步骤是非常必要的。这些步骤的每一步都有潜在的方差成分,所有方差之和确定总的试验方差和标准差。为此,规定了两种类型精密度。这两种类型由所试验的材料(或元件类别)与为精密度而直接评估的材料之间的关系表征。为了解释这一点,有必要介绍和定义一个新术语:

——目标材料:精密度确定方案主要关注的材料(或元件类别);然而,它不一定以其通常的或普通的物理状态进行试验。

使用术语“目标材料”时,可确定两种类型精密度:

——1型精密度——直接在目标材料上确定的精密度;对制备的试片或从同一来源抽取的试验前无需加工或其他操作的目标材料(元件类别)的试验部分进行试验。

注1:裁切的实例是由应力-应变试验用的哑铃状试样组成的批。

——2型精密度——不直接在目标材料上确定的精密度;目标材料通常与一些辅助材料相结合形成复合材料,用这种样本测定目标材料的相应性能。

注2:复合材料的性能与目标材料的质量或性能有直接关系。例如:为了测定某一品级SBR的质量,将橡胶加上硫化剂、填料、抗氧剂等的样本进行混炼和硫化,制备试片,对所获得的胶料进行规定质量性能试验。

注3:1型精密度方案可以用试片或实际试验之前需要一些最少步骤的加工或其他简单操作的目标材料进行试验。严格地讲,这是一种中间水平的精密度。然而,为避免不必要的复杂性,被称为1型精密度。

## 6 组织实验室间试验方案的步骤

组织一个实验室间试验方案的步骤,以及每一步骤的讨论如下:

- a) 组织委员会——应选择一个组织委员会或任务组和一个方案协调人。委员会或任务组的一个成员应是熟悉试验方法的技术以及本标准内容的统计员。大多数实验室间试验方案根据精密度确定程序的平衡均匀水平设计进行组织。更先进的设计,参看GB/T 6379。
- b) 精密度级别和类型——对于除炭黑试验之外的所有方案,组织一水平精密度实验室间试验方案。对于炭黑试验组织二水平精密度实验室间试验方案。选择要确定的精密度类型(见5.3)。1型精密度是最常用的,对于一些试验方法,例如标准配方合成的橡胶或高聚物或其他橡胶性能的评价,要求2型精密度。
- c) 试验操作者或技术员——对于只需要一个操作者或技术员的简单的一水平精密度试验,除非

不同技术员的作用是预定方案的一部分,所有重复试验应由同一技术员完成。对于需要几个操作者或技术员进行一系列不同步骤试验才能获得试验结果的复杂的试验,同一“操作者小组”应进行所有重复的试验。对于二水平精密度试验,遵循 2 个试验日每个试验日使用 2 个技术员的程序(见第 11 章)。

- d) 试验结果和重复数量——如试验结果定义,每种试验方法有一个评价性能的最终值,称为试验结果。试验结果可以是试验方法规定的一些独立试验值的平均值。就本标准而言,一个重复称为一个试验结果。应规定每种材料在每个实验室内重复试验结果的数量  $n$ 。在大多数实验室间试验方案中,重复数量为 2。对于一些试验,如二水平精密度,可选择 3 或 4 个重复数量。对所有试验结果进行分析。
- e) 重复性的周期——应选择实验室内重复试验之间的周期,这一周期通常在 1 d~7 d。关于重复性周期的更多说明参看附录 E。对于特殊的试验(较长老化周期),重复试验则要求更长的周期。对于其他特殊试验,可选择较短的周期(几分钟、几小时)。主要考虑的是行业中一般怎样使用试验方法。所选择的周期应在试验方法标准的精密度章中报告。
- f) 目标材料的数量——应选择试验的目标材料或元件组(或制造的成品)的数量。理想情况是不同性能水平的目标材料为 3 个或 4 个。目标材料应是常用的并在行业中具有代表性的试验材料,详见 5.3。
- g) 均匀目标材料的制备——每种目标材料应制备均匀,并留有足够的储备用量,以便需要时可进行再试验。如果材料需要混炼才能保证其均匀性,那么应进行混炼。如果不可能进行混炼,则应采取特殊程序如严密监控的实验室操作或其他制备操作以得到最均匀的材料(或一批元件)。应提供文件,以确定其均匀性。如果是 2 型精密度要求的任何辅助材料,应是标准参考材料或用特别的文件证明的均匀批。
- h) 实验室的数量——为使精密度评估具有可靠性,在实验室间试验方案中最终数据库(离群值处理之后)至少要求有 6 个熟悉试验方法的实验室。对于更重要的行业试验方法,应有 12~18 个实验室参加。如果在最终数据库中没有 6 个实验室,可用更少的实验室进行分析,但是,精密度特别是再现性的评估会受到严重的影响,只能是非常粗略的评估。
- i) 材料的包装和发送——任何实验室间试验方案要求的所有材料都应适当地包装,以防止所要测量的性能因时间或贮存发生改变。试验前,每个参加实验室的贮存条件应加以适当的规定。所有材料的装运应与试验计划表相协调(见下面说明),以使所有材料在计划的试验日期到达。
- j) 试验说明书——虽然所有实验室间试验方案通常都是按带有一整套试验说明书的标准试验方法而进行的。但是仍需要一些补充说明。一个重要的补充说明是试验计划表。所有的试验应在规定的日期进行,并且所有参加的实验室应按标准规定进行试验。计划表应留有足够的材料发送时间。标准方法的任何特殊修改以及关于与重复试验相对应的操作者或技术员(一个、两个或多个)都应说明清楚。如果实验室间试验方案是对处于某一中间制定水平的试验方法进行的,最重要的是给所有参加的实验室发送关于进行该试验的说明书以及实验室间试验方案说明书。
- k) 实验室间试验方案试验数据的报告——“试验数据报告表”应由实验室间试验方案协调人制定,并将副本连同试验材料和说明书一起发送给每个参加实验室。这个表格应含有下列内容:实验室名称、每种目标材料的实际试验日期和每个重复试验(日期)的试验值(试验结果),可能的话按比平常多一个有效位数(例如不舍位)进行报告。该试验报告表还应要求所使用的试验设备或机器的名称(型号、条件)、关于任何非故意的偏离标准试验程序的注释和任何意外事故的说明或其他相关信息。填写完全的试验报告应返回实验室间试验方案协调人。

## 7 一水平精密度分析程序概述

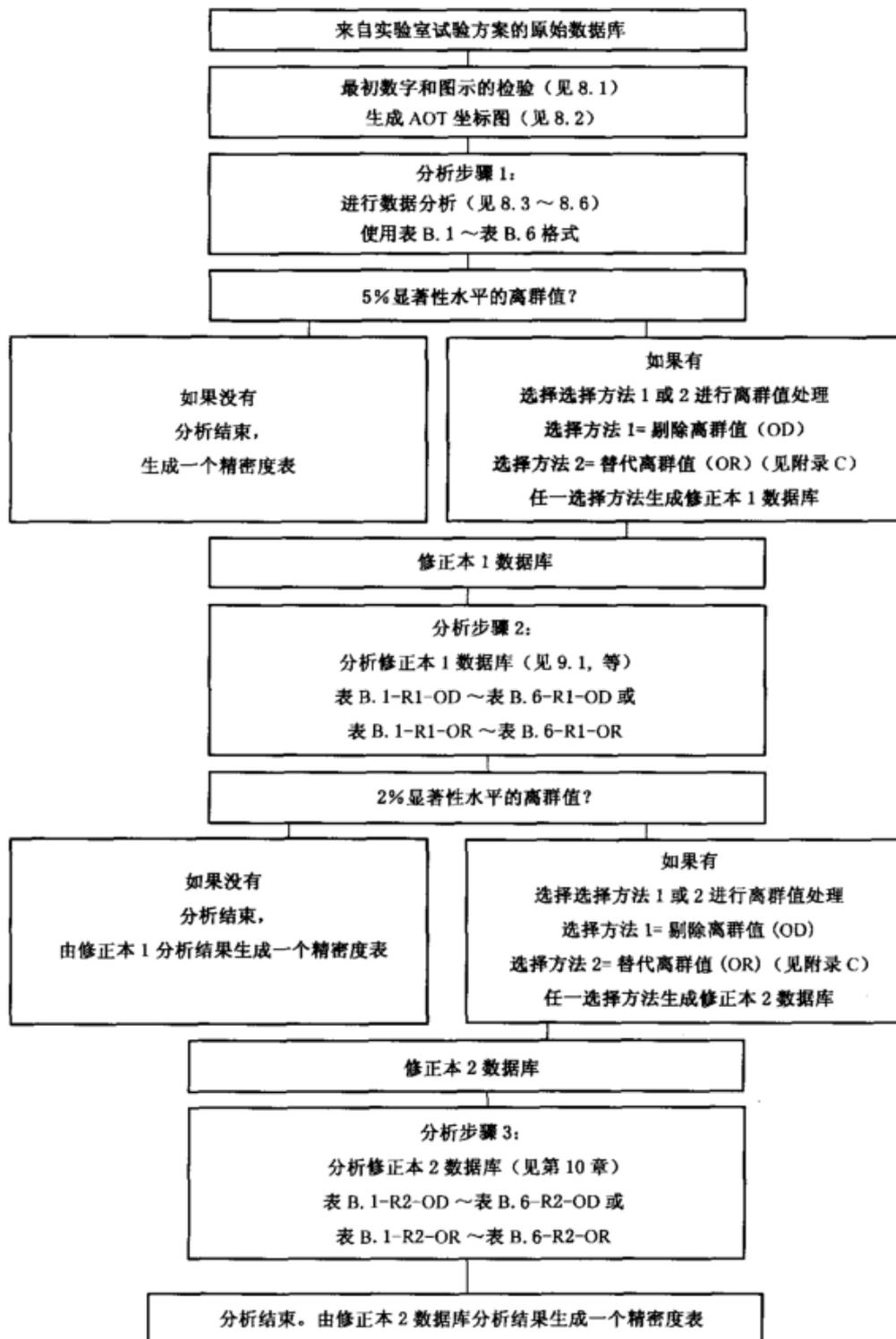
## 7.1 分析操作顺序

本章简要概述了实验室间试验方案数据库分析程序,并让使用者更好地了解整个分析过程。也介绍了关于离群值的一些背景信息。一水平精密度程序可能需要多达3个分析步骤或综合步骤。实际数量由数据库中数据的一致性决定。如果没有离群值,只使用分析步骤1。

如果有离群值,依据数据库中离群值的度量,可要求分析步骤2和3。附录B包括所有3个分析步骤的说明,还详述了如何布局所要求的计算机工作表及其相互连接,以便当离群值被剔除或将替代值代入表1基本数据中时,能够自动计算最终精密度参数 $r$ 和 $R$ 。图1概述整个分析过程中各步骤的判定树或流程示意图。

表1 一水平精密度基本数据<sup>a</sup>

实验室, $L(i)$	材料, $M(j)$					
	1	2	3	4	...	$q$
1						
2			$Y_{ik}$			
3						
4						
...						
$p$						
所用符号: 共有 $p$ 个实验室; $L(i)=1,2,3,\dots,p$ 。 共有 $q$ 个材料或水平; $M(j)=1,2,3,\dots,q$ 。 一个单元共有 $n$ 个重复; 一个单元=一个 $L(i)$ 与一个 $M(j)$ 的组合, 通常 $n=2$ 。 $Y_{ik}$ = 单个试验结果, 式中 $k=1,2,\dots,n(ij)$ 并且 $n$ 通常=2; 实例见表中单元(2,3)。 单元( $ij$ ): 单个单元含有 $n$ 个试验结果。						
<sup>a</sup> 均匀水平实验室间试验方案的表布局。						



注：有数据的表，参看附录 D 中精密度确定的实例。

图 1 实验室间试验方案—水平数据分析判定树示意图

- a) 数据的最初检验——任一数据库的快速数据检验对于获得实验室间试验方案结果的第一印象是重要的。这在单元平均值和单元标准差(或单元极差)计算之后进行。检验的一部分是生成单元平均值和单元标准差或单元极差与实验室数量的专门坐标图。这些坐标图在 8.1 中说明,并清楚地显示潜在离群值。
- b) 分析步骤 1——对原始数据库进行分析,以得出每种材料(或目标材料)重复性和再现性的值和计算的  $h$  和  $k$  统计量,参看附录 A。附录 B 说明了 6 个表的生成,由 6 个表得出  $h$  和  $k$  统计量和每种材料精密度结果。将计算的  $h$  和  $k$  统计量与 5% 显著性水平临界  $h$  和  $k$  统计量相比较,以确定是否有有效离群值。如果没有,则分析结束,所确定的重复性和再现性的值就用于生成一个该试验方法精密度结果表。如果有有效离群值,则要求进行分析步骤 2。
- c) 分析步骤 2——如果有 5% 显著性水平离群值,则离群值
- 1) 使用 5.1 所述的选择方法 1 剔除;
  - 2) 或使用选择方法 2 替代(参看附录 C)。
- 根据任一选择方法,对所获得的修正数据库称为修正本 1(或  $R1$ )进行分析,以生成新的重复性和再现性的值,称为修正本 1 精密度值。这一分析生成一组新的  $h$  和  $k$  统计量,将其与 2% 显著性水平临界  $h$  和  $k$  统计量相比较,以确定是否在这一水平上有任何有效离群值。如果没有,分析结束,所确定的重复性与再现性的值就用于生成该试验方法修正本 1 精密度结果表。如果有任何有效离群值,要求进行分析步骤 3。
- d) 分析步骤 3——如果任何修正本 1 的  $h$  和  $k$  统计量超过 2% 显著性水平临界  $h$  和  $k$  统计量,离群值就
- 1) 使用选择方法 1 剔除;
  - 2) 或使用选择方法 2 替代。
- e) 根据任一选择方法,对所获得的修正结果或修正本 2(或  $R2$ )数据库进行分析,以生成新的重复性和再现性的值,称为修正本 2 精密度值。至此完成分析步骤,所确定的每种材料的重复性与再现性的值用于生成一个该试验方法精密度结果表。

本标准的一水平精密度部分不涉及试图找出  $r$ 、 $R$ 、( $r$ )或( $R$ )与实验室间试验方案的性能(水平)之间关系的问题。原因有两个:第一,大多数实验室间试验方案没有足够数量的材料生成任何有意义的精密度与材料水平之间的关系;而得到关系的相应自由度小。第二,经验表明,即使在一个实验室间试验方案中有若干材料,也不能获得良好相应的线性或其他关系。应记住,任何实验室间试验方案都是一个“及时事件”,它表示在选择数量的实验室中 3 或 4 种材料的一般精密度水平。除了一些偶然的例外,所确定的每种材料的精密度通常是不同的,没有可测定的特性曲线或关系性。

## 7.2 离群值的背景

精密度数据库中不相容的试验结果的识别和剔除是一个有争议的问题。如果一个真的离群值未被剔除并且其度量又相当大,就会严重提高 2 个精密度参数值。这会由几个参加的实验室生成。然而,应注意保证高的(或低的)度量,而且真实的值不被剔除。如果该值被剔除,精密度评估就会太理想。本标准所提供的程序试图寻找一个中间点位置,称为“稳健统计”。虽然以客观概率为基础的技术称不相容的值为离群值,但是所有离群值的剔除操作具有一定条件,并且需要根据分析者的判断和经验。

## 7.3 离群值的出现形式

离群值经常以 2 种形式出现:

- a) 没有或很少有——没有离群值或只有几个离群值;在表 1 中每 20 个数据单元有 1 个或 2 个。
- b) 广泛的——离群值大量出现,每 20 个数据单元有 3、4 个或更多个,而且经常在一个实验室的几个单元中出现。

当离群值广泛出现时,通常度量较大。当然,在这两种极端情况之间有一些中间状态。

- a) 离群值剔除的基本原理 1——关于离群值剔除应采用什么显著性水平有两种观点。极端保守方法主张任何实验室间试验方案中离群值应不被剔除。根据是这样一种概念,即在试验方法制订的初期阶段,剔除离群值会引起此方法质量过于理想。对于离群值剔除,这种方法通常采用 0.5%( $P=0.005$ )的显著性水平。这种方法对于任一试验方法的初期制订阶段具有一定好处,尤其对只有几个实验室参加的实验室间试验方案。然而,这种方法具有某些严重的缺陷,将在后面说明。
- b) 离群值剔除的基本原理 2——对于制定完备的试验方法和一组实验室,经验表明,有一个从差到良好的技能和试验能力的分布。这一能力范围支持一种解决离群值问题的更理想的方法:使用 5%显著性水平( $P=0.05$ )(或 95%置信水平)称不相容值为离群值。这是大多数试验显著性统计的一般水平,通常将剔除其内部试验的质量控制差并且其试验程序需要改进的实验室的结果,允许几个“差的”实验室提高确定的精密度会给对试验操作控制良好的实验室所确定的精密度值以假的负面影响。“好的”实验室(绝大多数参加的实验室)的精密度应是行业任何试验方法极差精密度水平的基准。只要反馈鼓励操作水平差的实验室改进试验操作,用 1 级和 2 级精密度程序鉴别这些质量控制差的实验室就可使任何试验方法获得总的行业范围的改进。

#### 7.4 离群值的相继检验

一旦 5%离群值被剔除,5%显著性水平离群值检验的经验就提出了数据库相继检验问题。为了恰当地设计这个操作,回忆一下,对于每个参数, $h$  和  $k$  统计量是各个单元平均值或单元标准差与“所有实验室间”标准差之比。任何离群值的影响扩大到离群值自身( $h$  和  $k$  的分子)以及所有实验室的标准差( $h$  和  $k$  的分母)。

剔除 5%显著性离群值生成第二(或修正本 1)数据库,很大幅度降低了  $h$  和  $k$  统计量或二者的“所有实验室间”即分母标准差。当离群值被剔除后,修正数据库是一个可能由非自愿参加实验室间试验方案的离散实验室所获得的数据库。现在问题是:这以  $h$  和  $k$  统计量得到的修正本 1 数据库能够用于重新计算“实验室间” $h$  和  $k$  统计量再次进行离群值检验吗?

对于任一原来包括至少 6 个实验室的实验室间试验方案,这个问题的回答是“能”,即修正数据库应该进行潜在离群值检验。但是,为了防止生成过于理想的精密度,这第二次检验的显著性水平应比最初的检验更严格,应在 2%显著性水平上进行。对于少于 6 个实验室的实验室间试验方案,应由分析者决定是否进行第二次检验。

### 8 一水平精密度:分析步骤 1

#### 8.1 初步数字和数据图示检验

进行分析步骤 1 之前,通过图示方法显示数据一致性的检验是重要的。最常用的精密度确定是平衡均匀水平设计;所有实验室对所有材料重复试验数量相同。表 1 给出平衡均匀水平设计的布局并给出基础数据的列表格式。表中有  $p$  个实验室、 $q$  种材料或元件类别和  $pq$  个单元数据。表中的每个单元(一个实验室/材料组合构成)含有  $n$  个重复值;每个重复试验结果记为  $Y_{ijk}$ 。最常用的设计是每个单元有 2 个重复值,即  $n=2$ 。

绘制一个表 2 格式的表,列出通过计算表 1 给出的每个单元  $n$  个重复值的平均值而获得的单元平均值、单元极差或标准差。计算单元平均值后,按 8.1 所述检验表观离群值,并将这些记录用于 8.3 和 8.4 所述的正规步骤 1 离群值剔除程序,参看附录 A。

通过计算每个单元  $n$  个重复值的标准差绘制一个表 3 格式的表。另外,还可计算单元极差,表示为  $w$ ,每一单元最大值与最小值差的绝对值。单元极差和单元标准差应按 8.3 和 8.4 所述的正规步骤 1 离群值剔除。参看附录 A。

表 2 一水平精密度单元平均值<sup>a</sup>

实验室, $L(i)$	材料, $M(j)$					
	1	2	3	4	...	$q$
1						
2			平均值 $Y_{0a}$			
3						
4						
...						
$p$						

所用符号:  
 共有  $p$  个实验室:  $L(i)=1, 2, 3, \dots, p$ 。  
 共有  $q$  种材料或水平:  $M(j)=1, 2, 3, \dots, q$ 。  
 一个单元共有  $n$  个重复; 一个单元=一个  $L(i)$  与一个  $M(j)$  的组合, 通常  $n=2$ 。  
 平均值  $Y_{0a}=n$  个试验结果的平均值。

<sup>a</sup> 均匀水平实验室间试验方案的表布局。

表 3 一水平精密度单元标准差<sup>a</sup>

实验室, $L(i)$	材料, $M(j)$					
	1	2	3	4	...	$q$
1						
2			标准差 $Y_{0a}$			
3						
4						
...						
$p$						

所用符号:  
 共有  $p$  个实验室:  $L(i)=1, 2, 3, \dots, p$ 。  
 共有  $q$  种材料或水平:  $M(j)=1, 2, 3, \dots, q$ 。  
 一个单元共有  $n$  个重复; 一个单元=一个  $L(i)$  与一个  $M(j)$  的组合, 通常  $n=2$ 。  
 标准差  $Y_{0a}=n$  个试验结果的单元( $ij$ )的标准差。

<sup>a</sup> 均匀水平实验室间试验方案的表布局。

## 8.2 单元值的图示检验

用典型的工作表程序, 单元平均值和单元极差或标准差的专用坐标图检验总的分布揭示任何潜在离群值。绘制两个新表, 一个为单元平均值, 一个为单元极差或标准差。在此用单元极差是因为其使后面离群值处理, 即剔除或替代的某些计算更容易些。对于第一种材料的单元平均值表, 在表中生成两个列, 第一列为实验室编号,  $1 \sim N$ , 第二列为相应的单元平均值。所有材料都重复“实验室编号/单元平均值”序列。以相同的方式用“实验室编号/单元极差”双列绘制一个单元极差(或标准差)表。

- a) 用绘制的表, 每个实验室/材料列, 按上升的顺序(所有实验室间)将单元平均值(或单元极差)排序, 实验室编号保持不变, 进行单元值排序。对于每个参数(单元平均值或单元极差), 使用线坐标按上升的顺序绘制参数值与实验室编号的坐标图。这称为“上升顺序趋势”即 AOT 坐标图。

- b) 对于无离群值的实验室间试验方案,单元平均值坐标图一般为正斜率直线,有适当散布程度的点。如果存在离群值,它们会在坐标图的两端,并且远离中心数据点区的直线。单元极差坐标图从低端(可能包含零值)向中心点区可包含较大的斜率,也可在坐标图的上端显示出离群值。上升顺序坐标图将用于附录 C 中所述的“替代值”更换离群值。

### 8.3 原始数据库精密度的计算

附录 B 中给出全面而单独的说明。将原始数据库的试验结果输入一个表,称为表 B.1。这一表列格式即为本标准正文中的表 1。但是,为了保持附录 B 与下面说明的连续性,将使用附录 B 中表的标识术语。

注:在本标准中没有表 B.1~表 B.6 的实际表(带有数据或其他实际表布局细节)。附录 B 只是为分析人说明工作表程序如何建立表 B.1~表 B.6,以便进行分析。但是,参看附录 D,门尼黏度试验实例,给出了表 B.1~表 B.6 格式的实际数据表。

下一步是为单元平均值和单元平均值平方而建立的表 B.2。表 B.1 中的相应值是表 B.2 的自变量。

接着形成表 B.3:单元平均值偏差,表示为  $d$ ,和计算的  $h$  值。表 B.2 中的相应值用作表 B.3 的自变量。关于单元偏差  $d$  和  $h$  的计算,参看附录 A。

单元极差和单元极差平方的表 B.4R 和单元标准差和单元方差(标准差的平方)的表 B.4S 都涉及相同的问题:单元内方差。建议在分析中生成这两个表。

表 B.5 用来计算数据库中每个单元的  $k$  值。表 B.4S 中的相应值为自变量,计算表 B.5 的  $k$  值。关于  $k$  值的计算,参看附录 A。

表 B.6 用于计算精密度参数  $r$  和  $R$ 。需要  $T_1$ 、 $T_2$ 、 $T_4$ 、 $n$  和  $p$  值计算  $r$  和  $R$ 。参看表 B.6 嵌入计算法则 1~5,关于这些计算的详述也可参看附录 B。

### 8.4 用 $h$ 和 $k$ 统计法检测 5%显著性水平离群值

用表 B.3 中  $h$  的计算值和表 B.5 中  $k$  的计算值进行潜在离群值的检验。

- 如果表 B.3 任何单元的  $h$  值等于或超过附录 A 表 A.1 中给出的 5%显著性水平临界  $h$  值,该具体单元值就被判为离群值。
- 如果表 B.5 任何单元的  $k$  值等于或超过附录 A 中给出的 5%显著性水平临界  $k$  值,该具体单元值就被判为离群值。
- 如果检测出离群值,离群值的概要就在表 B.6 底部以副表的形式表示出来,表明每种材料的  $h$  和  $k$  值有 5%有效离群值的实验室数量。实例参看附录 D 中表 D.6。用选择方法 1 离群值剔除或选择方法 2 离群值替代生成一个修正的数据库。
- 如果单元平均值或单元标准差(或极差)没有离群值,精密度分析结束,并且所得的  $r$  和  $R$  可用于绘制该试验方法的精密度表。

### 8.5 用离群值选择方法 1 或 2 生成修正本 1 数据库

如果检验出离群值,使用选择方法 1 或 2 修正数据库。

- 选择方法 1 是剔除表 B.1 中判为离群值的  $n$  个单元值并且由附录 B 所述程序而得的单元 ERR 指示数修正表 B.2~表 B.6。这一剔除不仅适用于大于 5%临界  $h$  值所表示的单元平均值,也适用于大于 5%临界  $k$  值所表示的单元标准差(或极差)。一旦完成了所有 ERR 修正,数据库就称为修正本 1(R1)数据库。每个修正本 1 表名称含有附加符号 R1-OD(OD=剔除的离群值)。对这一修正的 OD 数据库将再次进行分析步骤 2 所述的更严格的 2%显著性水平离群值检验。
- 选择方法 2 是替代表 B.1 中判为离群值的  $n$  个单元值。替代适用于大于 5%临界值所表示的单元平均值和单元标准差(或极差)。对于  $h$  或  $k$  值,替代是一个双序列或两个阶段的过程。详细说明见附录 C。一旦用附录 C 程序生成数据替代值,就将其插入数据库中,使用表标识符

号 R1-OR(OR=替代的离群值),生成 R1 数据库。对这一修正的 OR 数据库将再次进行分析步骤 2 所述的更严格的 2%显著性水平离群值的检验。

## 8.6 修正本 1(R1)数据库表

如上所述为分析步骤 2 绘制表 B.1~表 B.6 格式的第二组表:

- a) 选择方法 1 离群值剔除用的表,标为 B.1-R1-OD~B.6-R1-OD;
- b) 选择方法 2 离群值替代用的表,标为 B.1-R1-OR~B.6-R1-OR。

一旦按附录 B 的说明完成了剔除或替代,这组新的精密度值就会依据所选择的选择方法出现在表 B.6-R1-OD 或表 B.6-R1-OR 中。

## 9 一水平精密度:分析步骤 2

### 9.1 用 $h$ 和 $k$ 统计法检测 2%显著性水平离群值

对表 B.3-R1-OD 或表 B.3-R1-OR 中的  $h$  计算值和表 B.5-R1-OD 或表 B.5-R1-OR 中的  $k$  计算值进行 2%显著性水平潜在离群值的检验。对于要剔除的离群值,计算的  $h$  和  $k$  值应大于 2%显著性水平临界值。对于这些表中的每个表,在任一表的下方生成一个副表,概述计算值与  $h$  和  $k$  临界值比较的结果。实例参看附录 D。如果检测出离群值,使用选择方法 1 或 2 修正数据库,修正程序在附录 B 叙述。

### 9.2 用离群值选择方法 1 或 2 生成修正本 2 数据库

离群值选择方法 1 是剔除表 B.1-R1-OD 中判为离群值的  $n$  个单元值,如上如述,由剔除程序所得的单元 ERR 指示数修正表 B.2-R1-OD~表 B.6-R1-OD。一旦完成所有 ERR 的修正,数据库就称为修正本 2 即 R2-OD 数据库,对这一修正的 OD 数据库将进行分析步骤 3。

离群值选择方法 2 是替代表 B.1-R1-OR 中判为离群值的  $n$  个单元值。替代适用于由大于 2%临界值所表示的  $h$  或  $k$  的单元平均值。详细说明见附录 C。一旦生成数据替代值,就将其插入数据库,生成修正本 2。即 R2-OR 数据库,对这一修正的 OR 数据库将进行分析步骤 3。

## 10 一水平精密度:分析步骤 3——最终精密度结果

虽然,图 1 树形示意图或流程表显示分析步骤 3 含有分析操作,但分析已经在步骤 2 中所述的离群值处理中自动进行了。分析步骤 3 实际上是对从修正本 2 数据库获得的精密度结果的检验。一旦选择了离群值选择方法 1(剔除)或选择方法 2(替代)并且完成了剔除和替代操作,相连的表 B.1~表 B.6 的自动计算程序就生成新的精密度结果。当在 5%或 2%显著性水平发现了离群值,分析步骤 3 就是精密度计算的结束。表 B.6-R2-OD 或表 B.6-R2-OR 的结果用于生成试验方法的精密度表。关于精密度表的相应格式和精密度条款的相应要求,参看第 12 章。

## 11 二水平精密度:炭黑试验结果的分析

### 11.1 二水平精密度的背景

炭黑制造工业试验方法用本章所述的典型均匀水平实验设计的程序进行评价。程序与一水平精密度的要求不同之处如下:

- a) 表 1 的每个单元重复数规定为 4 个;
- b) 单元平均值和单元标准差的潜在离群值检验程序与一水平精密度的不同;
- c) 为使测量性能水平(度量)对报告的精密度值的表达形式(绝对的或相对的)无影响,进行了特殊的计算。

本标准第 3 章中所提出的术语适用于本二水平精密度程序。通常,在炭黑工业和其他行业中,在讨论实验室间试验时,“样本”一词用作“材料”一词的同义词,即,在实验室间试验方案中所使用的一种级别或品级炭黑常常称为“一个样本”。这会引入混淆,并且与本标准的术语不一致。为避免混淆,对所试验的材料(例如一系列不同品级的炭黑)和在组织、报告和讨论实验室间试验方案和由这些方案所计算

的精密度参数的过程中,应使用术语“材料”和/或“目标材料”。

### 11.2 材料和原始数据记录的选择

材料(或目标材料)通常为不同品级的炭黑,应按第6章中建议选择。任一实验室间试验方案选择至少5种材料。这一数量的材料在确定11.4中的系数时至少有4个自由度。

选择的材料(或目标材料)应按规定的试验方法进行试验,两个单独“试验日”的每个试验日得到2个试验结果,共4个试验结果。所有试验在相同的机器或设备上进行。试验结果是试验方法确定的试验数量的平均值。对于每种材料,用表4所示的初始数据格式记录数据。每4个值构成一水平精密度表1格式数据表的一个单元。但是,对于炭黑试验,用如表5所示的最终数据表,含有实验室间试验方案所有材料的结果,这些结果是通过表4中每种材料的数据进行计算(见11.3)而获得的。

表4 每种材料的初始数据格式  
(二水平精密度——炭黑试验)

日期	材料, $M(j)$		操作者或 技术员
	试验结果 1	试验结果 2	
第 1 天	×××	×××	×××××
第 2 天	×××	×××	×××××
见表 5 的注。			

表5 实验室间数据格式  
(二水平精密度——炭黑试验)

实验室 编号	材料 1		材料 2		材料 $q$	
	单元平均值	单元标准差	单元平均值	单元标准差	单元平均值	单元标准差
1	××	××	××	××	××	××
2	××	××	××	××	××	××
...	××	××	××	××	××	××
$p$	××	××	××	××	××	××
注 1: 材料一般是不同品级或级别的炭黑。 注 2: 表 4 中(每一材料)的数据构成一个单元,即,单元平均值和单元标准差由 4 个数据值计算得出。						

### 11.3 数据检验和计算

绘制一系列表4格式的表之后,每种材料和每个实验室一个表,下一步就是用每个表的数据计算每一材料/实验室组合或单元的单元平均值和单元标准差。这些计算结果用表5记录。对每种材料,用 $h$ 统计法对表5的单元平均值进行潜在离群值检验,用 $k$ 统计法对单元标准差进行潜在离群值检验。离群值根据5%显著性水平的 $h$ (临界)和 $k$ (临界)确定。虽然表5的单元平均值和单元标准差每一个都含有两个未区分的变异成分,即试验之间/试验日之间和试验之间/试验日之内的变异成分,但是 $h$ 和 $k$ 统计程序可检验出这些特殊单元值的潜在离群值。

炭黑即二水平实验室间试验方案的检验程序根据大量参加的实验室,即数量多于20个。对于表5的每种材料,用附录A的程序计算每一单元(或实验室)的 $h$ 值和 $k$ 值。从表A.1选择5%显著性水平的 $h$ (临界)和 $k$ (临界)值。检验计算的 $h$ 值和 $k$ 值,确定是否大于 $h$ (临界)和 $k$ (临界)值。按下列规则进行剔除:

- 如果没有 $h$ 或 $k$ 计算值大于 $h$ (临界)或 $k$ (临界)值,就保留所有单元平均值和/或标准差。
- 如果只有一个 $h$ 或 $k$ 计算值大于 $h$ (临界)或 $k$ (临界)值,剔除单元平均值或单元标准差。
- 如果多于一个 $h$ 计算值大于 $h$ (临界)值和多于一个 $k$ 计算值大于 $k$ (临界)值,剔除规则如下:

- 1) 如果实验室间试验方案有 20 个或少于 20 个实验室,每种材料只剔除一个单元平均值或单元标准差,即,最大的  $h$  或  $k$  计算值。
- 2) 如果实验室间试验方案有多于 20 个实验室,并且有若干个  $h$  和/或  $k$  计算值大于各自的  $h$ (临界)和  $k$ (临界)值,从最大  $h$  和  $k$  计算值开始,剔除单元平均值和/或单元标准差,一直进行到剩余实验室数量为 20 个为止,并且用此作精密度确定的数据库。

如果离群值被剔除,就涉及空白单元的问题。如果使用本标准所述的工作表,参看附录 B。

11.4 炭黑试验确定的精密度的表示

用附录 B 的公式计算精密度参数  $r$ 、 $R$ 、 $(r)$  和  $(R)$ 。应在所有潜在离群值剔除之后,且在附录 B 所讨论的遗漏单元值的建议程序之后根据数据库进行计算。绘制实验室间试验方案所有材料的  $R$  和  $(R)$  值对  $M$  或  $\bar{Y}_{AV}$  值(测量材料性能的平均值)的坐标图。对两关系进行最小平方回归并记录每个参数  $R$  和  $(R)$  的确定系数,表示为  $Cd$ 。

精密度表示选择最小  $Cd$  值的参数  $R$  或  $(R)$ 。两种表达方式确定哪种与测量性能的水平具有最小相关性,反言之,哪个参数与测量水平最没有关系。最小  $Cd$  值,或最无关系的参数,将用于绘制表 6 所示的最终精密度表。选择的表示方式适用于重复性,也适用于再现性。遵循本标准第 12 章所述的精密度表示规则。

12 试验方法标准中一水平和二水平精密度数据表的格式和精密度条款要求

12.1 精密度数值表

精密度用表 6 格式的简要形式表示,每个精密度数值表都应有一个表头,表示:

- 一水平或二水平精密度程序;
- 精密度的类型,1 型或 2 型(见 5.3);
- 试验性能及其度量单位。

表 6 一水平和二水平精密度表编排方式

(一水平或二水平和 1 型或 2 型\*——GB ×××× 测量性能的精密度 = ××××××,单位:××<sup>b</sup>)

材料	平均 水平	实验室内			实验室间			实验室 编号 <sup>c</sup>
		$s_r$	$r$	$(r)$	$s_R$	$R$	$(R)$	
A								
B								
C								
D								
合并或 平均值								

所用符号:

- $s_r$  = 实验室内标准差(测量单位);
- $r$  = 重复性(测量单位);
- $(r)$  = 重复性(平均水平的百分比);
- $s_R$  = 实验室间标准差(测量单位表示的实验室间总偏差);
- $R$  = 再现性(测量单位);
- $(R)$  = 再现性(平均水平的百分比)。

关于本表精密度结果的讨论,参看精密度条款的内容。

<sup>a</sup> 在表头中的精密度级别(一或二)和精密度类型(1 或 2)。

<sup>b</sup> GB ×××× = 试验方法标准编号;×××××× = 测量的性能;×× = 性能单位。

<sup>c</sup> 在最终数据库中列出实验室编号。还列出所选的选择方法:如果是选择方法 2,在圆括号()中表示实验室编号。

对所试验的每种材料,应记录下列内容:

- a) 材料标识;
- b) 试验性能的平均水平;
- c) 重复性标准差,  $s_r$ ;
- d) 重复性,  $r$ , 测量单位;
- e) 相对重复性,  $(r)$ , 平均水平的百分数;
- f) 再现性标准差,  $s_R$ ;
- g) 再现性,  $R$ , 测量单位;
- h) 相对再现性,  $(R)$ , 平均水平的百分数;
- i) 确定精密度最终数据库中实验室数量。

如果没有离群值,上述 i) 项的值就是原始数据库中的实验室数量,如果有离群值并且选择方法 1 剔除,其数量就小于原始数据库中的数量。如果选择方法 2 离群值替代,没有离群值替代的实验室数量应在此栏中用加圆括号的数字表示出。用表的脚注对此加以说明。

只有在所有材料的  $r$  和  $R$  值大致相等的情况下,才建议计算合并或平均值。当若干材料之间精密度有很大差异时,合并或平均精密度就具有很小的价值意义即适用性。精密度数据表还应包含脚注,所用表符号的说明。

## 12.2 精密度条款

精密度确定的结果应在试验方法标准的一个条款中给出,题目是“精密度与偏倚”,偏倚的概念在第 3 章做了解释。一个或多个段落或款项应含有下列有关实验室间试验方案事项和所确定的精密度内容。

说明按本标准进行和实施精密度实验室间试验方案的年份。说明精密度确定的术语和其他细节读者应参看本标准。

为防止误解,在没有精密度确定结果实际适用于所试验的产品或材料的文件的情况下,由实验室间试验方案确定的精密度不适用于任一组材料或产品的验收或拒收。

说明应包括下列内容:

- a) 精密度级别,即一水平或二水平;
- b) 精密度类型,1 型或 2 型;
- c) 参加实验室间试验方案的实验室数量,  $p$ ;
- d) 所用材料(或目标材料)的数量,  $q$ , 和材料名称;
- e) 实验室内重复的数量,  $n$ ;
- f) 重复性或实验室内重复的时间间隔( $h, d$ );
- g) 试验结果的定义(一定数量  $x$  测量的平均值,或各个试验值);
- h) 离群值处理所选择的方法(剔除或替代);
- i) 实验室间试验方案的任何特殊性说明。

如 12.1 所述的精密度结果表应是本章的一部分。保证该表(以表 6 格式插入试验方法标准中)给出离群值剔除或替代后保留的最终实验室(带有原始数据)的数量。应给出关于该结果结论的一些意见。

用下面所述的内容,关于 95% 显著性水平( $P=0.05$ )重复性和再现性的一般性说明应是本精密度条款的一部分。在说明中使用“表  $x$ ”表示插入试验方法标准中最终的表。

**重复性**——试验方法的重复性,即局部区域精密度已由每个表中所列材料的表  $x$  中给出的值确定。如果已经计算,表中还应列出合并重复性值。通过正确使用本标准规定的试验方法获得的两个试验结果之差大于表列以测量单位表示的  $r$  值和以百分比表示的  $(r)$  值(如果列出)应视为可疑,即来自不同的样本。这样的判断意味着应采取一些适当的研究措施。

**再现性**——试验方法的再现性,即全局区域精密度已由每个表中所列材料的表  $x$  中给出的值确

定。如果已经计算,表中还应列出合并再现性值。不同实验室通过正确使用本标准规定的试验方法获得的两个试验结果之差大于表列以测量单位表示的 $R$ 值和以百分比表示的 $(R)$ 值(如果列出)应视为可疑,即来自不同的样本。这样的判断意味着应采取一些适当的研究措施。

偏倚在术语“偏倚离差”中定义,即测量值与真值或公认参照值之间的差值,本标准中没有涉及偏倚,因为,对于进行精密度评价的所有试验方法而言,偏倚的测定是不可能的,因为没有参照值或真值存在或可以测定。对于这些试验方法,说明应包括一个综述,作为精密度条款的最后一项,说明没有确定偏倚。用词汇“偏倚”作为“偏倚离差”的同义词,说明内容建议如下:

偏倚——是试验值与参照值或真值之差,本试验方法不存在参照值,所以偏倚不能确定。

### 12.3 关于精密度确定的实验室间试验方案报告

对任何实验室间试验方案应给出一个精密度确定的完整报告。这是对所有实验室间试验方案细节的一个全面报告,不是每个参加的实验室作为实验室试验方案的一部分而起草和返回的报告。这个报告应包括方案的组织和执行的详细内容,具体如下:

- a) 实验室试验方案的组织委员会、位于何地、协调者、日期;
- b) 精密度级别:一水平或二水平;
- c) 精密度类型:1型或2型;
- d) 实验室数量, $p$ (列出其名称,无需与实验室试验方案实验室编号相联系);
- e) 材料或目标材料的数量, $q$ ,加上其名称;
- f) 试验结果的定义,重复次数, $n$ ,和重复性的时间间隔;
- g) 进行试验的技术员的信息:一个或多个,其他特殊说明;
- h) 材料如何制备和均匀性的形成文件;
- i) 关于材料包装和发送实验室试验方案参加者的详细情况;
- j) 来自实验室试验方案每个参加实验室的数据报告的副件;
- k) 实验室试验方案分析报告,带有附录B所示的所有表格、所有分析步骤的说明,离群值处理所选择的选择方法,加上所有其他所要求的评论;
- l) 精密度结果表,还有关于结果的任何评论;
- m) 加入试验方法标准中的精密度条款的草案。

附 录 A  
(规范性附录)  
计算  $h$  和  $k$  一致性统计量

### A.1 一般背景

实验室间试验方案的试验结果以表 2 和表 3 格式列出时,任一表都可包含与其他相应单元的值不一致看似离群值的单元值。进行数据检验并确定如何处理这些离群值。应鉴别与数据库中具体材料的总平均值差异最大的任何 1 个、2 个或多个的潜在离群值。离群值的处理是剔除所有鉴别出的离群值,然后用 2 种选择方法之一为此离群值寻址。选择方法 1 是剔除离群值以生成缩小的数据库。选择方法 2 是采取保持非离群值数据分布特征的程序替代离群值。

本标准一水平和二水平精密度条款用了 2 个称为一致性统计的具体参数,用于剔除潜在的离群值,即由 J. Mandel 提出的  $h$  和  $k$  统计量(见 GB/T 6379.2 的 7.6)。 $h$  统计量是对实验室间单元平均值进行潜在离群值检验的参数,而  $k$  统计量是对实验室内单元标准差(或极差)进行潜在离群值检验的参数。与只涉及那些似乎是离群值的极限值的大多数离群值剔除程序不同, $h$  和  $k$  一致性统计程序要求计算实验室间试验方案中每种材料或  $q$  水平的所有实验室(所有单元值)的  $h$  和  $k$  统计量。然后,用计算的统计量进行离群值的判断和剔除。

### A.2 $h$ 统计量的定义和计算

#### A.2.1 $h$ 统计量

对实验室间试验方案中每种材料或任一  $q$  水平,计算实验室间“单元平均值”一致性统计量  $h$ ,方法是用所有实验室的单元平均值进行计算,具体如下:

$$h = d/s(Y_{AV}) \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

$$d = [Y_{AV}(i) - \bar{Y}_{AV}];$$

$Y_{AV}(i)$ ——第  $i$  个实验室的各个单元平均值;

$\bar{Y}_{AV}$ ——任何材料所有单元的平均值;

$s(Y_{AV})$ ——所有实验室间任何材料或  $q$  水平的单元平均值的标准差。

$h$  统计量是每个实验室单元平均值与所有实验室总的单元平均值之差,除以所有实验室间单元平均值的标准差。 $h$  统计量可看作是一个带有零中间值的标准变化量(或  $z$ -函数)。较大的  $h$  统计量(+ 或-)表示与  $s(Y_{AV})$  标准差的倍数中总的零平均值本质不一致。

#### A.2.2 计算临界 $h$ 统计量

在计算每个实验室每种材料的  $h$  统计量之后,对该统计量进行检验,以确定所计算的  $h$  统计量是否超过临界统计量。如果计算的  $h$  统计量超过临界  $h$  统计量,在选择概率或显著性水平,该  $h$  统计量被认为是一个离群值,对生成该  $h$  统计量的单元的值加以鉴别,进行离群值处理。 $h$ (临界)统计量与实验室间试验方案中实验室的数量有关,对于任何概率或显著性水平,可由下式计算:

$$h(\text{临界}) = (p-1)t/[p(t^2 + p-2)]^{1/2} \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

$p$ ——实验室间试验方案中实验室数量;

$t$ ——在选择的显著性水平下的学生氏  $t$ ,  $df = (p-2)$ , 一个以 2 结尾的值;

$df$ ——自由度的数字。

**A.3 k 统计量的定义和计算**

**A.3.1 k 统计量**

“单元标准差”一致性 *k* 统计量表示任一实验室的实验室间单元标准差与总的(即所有实验室间)的合并“单元标准差”之比。可变性统计的显著性试验的常用方法是用 *F*-比即两个方差之比。但是, *k* 统计量表示为两个标准差之比, 因为, 当检验数据时, 理解这个比值更容易些。 *k* 统计量的推导如下。

通常的 *F*-比方法, 与所有单元(不包括正在试验的一个单元)(对任何材料)的合并方差相比的各个单元方差的显著性, 由下式给出:

$$F = s_i^2 / [\sum s_{(p-i)}^2 / (p-1)] \quad \dots\dots\dots (A.3)$$

式中:

$s_i^2$ ——对可能显著性进行试验的实验室 *i* 单元方差;

$\sum s_{(p-i)}^2$ ——单元方差的总和, 不包括单元 *i*;

*p*——实验室间试验方案中实验室的数量;

*k* 统计量由式(A.4)确定并对每种材料进行计算:

$$k = s_i / s_e \quad \dots\dots\dots (A.4)$$

式中:

$s_i$ ——第 *i* 个实验室的单元标准差;

$s_e$ ——合并单元标准差(所有实验室间)[最初计算的重复性标准差, 见下面的式(A.5)]。

**A.3.2 计算临界 k 统计量**

计算临界 *k* 统计量 *k*(临界), 推导如下。重复性方差由式(A.5)给出:

$$s_e^2 = [\sum s_{(p-i)}^2 + s_i^2] / p \quad \dots\dots\dots (A.5)$$

合并式(A.3)、式(A.4)和式(A.5)得到式(A.6):

$$k = \{ [p / (1 + (p-1) / F)] \}^{1/2} \quad \dots\dots\dots (A.6)$$

式(A.6)中 *F* 的自由度 *df* 为(*n*-1)与(*p*-1)(*n*-1)之比, *n*=每个单元的重复数。式(A.6)可适用于选择的显著性水平下计算任一自由度 *df* 的临界 *F* 值, 从而得出 *p* 和 *n* 值的 *k*(临界)统计量。

**A.4 用临界 h 和 k 统计量鉴别离群值**

当由式(A.1)和式(A.4)计算所有 *h* 和 *k* 统计量并列成表格后, 对其进行检验, 确定是否有 *h* 和 *k* 统计量超过临界 *h* 和 *k* 统计量。

表 A.1 给出不同数目的实验室(*p*=3~30)和单元重复(*n*=2, 3 或 4)的 2% 和 5% 显著性水平(即 *P*=0.02, *P*=0.05)临界 *h* 和 *k* 值。用于对数据库进行第 8 和 9 章所述的离群值检验的两步程序。

注: *n* 为每种材料或水平每个实验室内每个单元的重复数(取自 GB/T 6379.2 的 5% 显著性水平的数据)。

**表 A.1 2% 和 5% 显著性水平的 h 和 k 临界值**

实验室数量, <i>p</i>	5% <i>h</i> -临界值	<i>P</i> 和 <i>n</i> 的 5% <i>k</i> 临界值			实验室数量, <i>p</i>	2% <i>h</i> -临界值	<i>P</i> 和 <i>n</i> 的 2% <i>k</i> 临界值		
		<i>n</i> =2	<i>n</i> =3	<i>n</i> =4			<i>n</i> =2	<i>n</i> =3	<i>n</i> =4
3	1.15	1.65	1.53	1.45	3	1.15	1.69	1.59	1.52
4	1.42	1.76	1.59	1.50	4	1.47	1.85	1.68	1.59
5	1.57	1.81	1.62	1.53	5	1.67	1.94	1.74	1.67
6	1.66	1.85	1.64	1.54	6	1.80	2.00	1.77	1.65
7	1.71	1.87	1.66	1.55	7	1.89	2.04	1.79	1.67
8	1.75	1.88	1.67	1.56	8	1.95	2.07	1.80	1.68
9	1.78	1.90	1.68	1.57	9	2.00	2.09	1.83	1.69
10	1.80	1.90	1.68	1.57	10	2.00	2.11	1.84	1.70

表 A.1 (续)

实验室 数量, $p$	5% $h$ -临 界值	$P$ 和 $n$ 的 5% $k$ 临界值			实验室 数量, $p$	2% $h$ -临 界值	$P$ 和 $n$ 的 2% $k$ 临界值		
		$n=2$	$n=3$	$n=4$			$n=2$	$n=3$	$n=4$
11	1.82	1.91	1.69	1.58	11	2.07	2.12	1.84	1.70
12	1.83	1.92	1.69	1.58	12	2.09	2.13	1.85	1.71
13	1.84	1.92	1.69	1.58	13	2.11	2.14	1.86	1.72
14	1.85	1.92	1.70	1.59	14	2.13	2.15	1.86	1.73
15	1.86	1.93	1.70	1.59	15	2.14	2.16	1.87	1.73
16	1.86	1.93	1.70	1.59	16	2.15	2.16	1.87	1.73
17	1.87	1.93	1.70	1.59	17	2.16	2.17	1.87	1.73
18	1.88	1.93	1.71	1.59	18	2.17	2.18	1.88	1.73
19	1.88	1.93	1.71	1.59	19	2.18	2.18	1.88	1.74
20	1.89	1.94	1.71	1.59	20	2.19	2.18	1.88	1.74
21	1.89	1.94	1.71	1.60	21	2.20	2.18	1.88	1.74
22	1.89	1.94	1.71	1.60	22	2.20	2.19	1.88	1.74
23	1.90	1.94	1.71	1.60	23	2.21	2.19	1.89	1.74
24	1.90	1.94	1.71	1.60	24	2.21	2.19	1.89	1.74
25	1.90	1.94	1.71	1.60	25	2.22	2.19	1.89	1.74
26	1.90	1.94	1.71	1.60	26	2.22	2.20	1.89	1.74
27	1.91	1.94	1.71	1.60	27	2.23	2.20	1.89	1.74
28	1.91	1.94	1.71	1.60	28	2.23	2.20	1.89	1.74
29	1.91	1.94	1.72	1.60	29	2.23	2.20	1.90	1.74
30	1.91	1.94	1.72	1.60	30	2.24	2.20	1.90	1.74

**附录 B**  
(规范性附录)

**精密度参数工作表计算公式——推荐的工作表布局和数据计算顺序**

**B.1 计算公式**

**B.1.1 总则**

精密度计算没有专用计算机程序时,重复性和再现性可用工作表程序和公式进行计算。最终的精密度确定包括一系列的和或总和。计算公式在本章给出。在 B.2 章,给出便于计算的工作表布局。B.3 章给出关于设置表序列和进行分析的一些建议。图 1 为判定树示意图,为分析步骤的顺序提供指南。谨记  $p$  = 实验室间试验方案中实验室数量。

注:用 Lotus123 为附录设置计算。假设可用任一工作表程序,但是,一些具体算法可能与本附录给出的略有不同。

**B.1.2 均匀水平实验室间试验方案设计,  $n=2$**

实验室间试验方案的所有实验室试验材料;每种材料每个单元有  $n=2$  重复值并且所有实验室都有总和。对于本标准正文中给出的表 1 格式中的每一“实验室/材料”组合即一个单元包括  $n$  个重复值。一个重复值是一个“试验结果”,即试验方法所规定的平均值或中值。

$$T_1 = \sum Y_{AV} \quad \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

$Y_{AV}$ ——第  $i$  个实验室的单元平均值。

$$T_2 = \sum (Y_{AV})^2 \quad \dots\dots\dots (B.2)$$

$$T_3 = \sum w^2 \quad \dots\dots\dots (B.3)$$

式中:

$w$ ——第  $i$  个实验室单元值的极差(仅适用于  $n=2$ )。

$$T_4 = \sum s^2 \quad \dots\dots\dots (B.4)$$

式中:

$s$ ——第  $i$  个实验室单元标准差。

用  $T_3$  或  $T_4$  的计算公式如下。式(B.5)给出重复性标准差的二次方即方差,  $s_r^2$ :

$$s_r^2 = T_3/2p = T_4/p \quad \dots\dots\dots (B.5)$$

式(B.6)给出实验室间方差  $s_L^2$ :

$$s_L^2 = \{[pT_2 - (T_1)^2]/p(p-1)\} - (s_r^2/2) \quad \dots\dots\dots (B.6)$$

由于此实验室间方差不包括实验室内方差成分,应通过增加实验室内方差进行修正。含有实验室间和实验室内方差成分的方差即式(B.7)给出了再现性方差:

$$s_R^2 = s_L^2 + s_r^2 \quad \dots\dots\dots (B.7)$$

所有实验室材料的平均值按式(B.8)计算:

$$M_{AV} = Y_{AV} = T_1/p \quad \dots\dots\dots (B.8)$$

重复性  $r$  和再现性  $R$  由式(B.9)和式(B.10)给出

$$r = 2.83(s_r^2)^{1/2} \quad \dots\dots\dots (B.9)$$

$$R = 2.83(s_R^2)^{1/2} \quad \dots\dots\dots (B.10)$$

**B.1.3 均匀水平实验室间试验方案设计,  $n>2$**

对于  $n$  大于 2 但单元重复数量恒定的实验室间试验方案,计算公式与式(B.1)~式(B.10)相同,但

有两个例外:(1)在式(B.6)最后一项用  $n$  值替代 2;(2)  $T_3$  不用计算,  $s_r^2$  值用式(B.5)中的  $T_i/p$  式获得。

**B.1.4 非均匀水平设计**

对于单元重复值不相等的实验室间试验方案:

$$T_5 = \sum [n_i(Y_{AV})_i] \quad \dots\dots\dots (B.11)$$

式中  $n_i$  = 单元  $i$  中的重复值;  $(Y_{AV})_i$  = 单元  $i$  的平均值

$$T_6 = \sum [n_i(Y_{AV})_i^2] \quad \dots\dots\dots (B.12)$$

$$T_7 = \sum n_i \quad \dots\dots\dots (B.13)$$

$$T_8 = \sum n_i^2 \quad \dots\dots\dots (B.14)$$

$$T_9 = \sum (n_i - 1)s_i^2 \quad \dots\dots\dots (B.15)$$

式中:

$s_i^2$  —— 单元  $i$  的方差。

$$s_r^2 = T_9 / (T_7 - p) \quad \dots\dots\dots (B.16)$$

$$s_L^2 = \{ [T_6 T_7 - T_5^2] / [T_7(p-1)] - s_r^2 \} / [T_7(p-1)] / (T_7^2 - T_9) \quad \dots\dots\dots (B.17)$$

$$s_R^2 = s_L^2 + s_r^2 \quad \dots\dots\dots (B.18)$$

$$M_{AV} = \bar{Y}_{AV} = T_5 / T_7 \quad \dots\dots\dots (B.19)$$

**B.2 工作表的计算布局**

**B.2.1 表结构**

本章包括所有表的目录,并附有表之间相关性的简要说明,以便一旦所有的表和基本数据表都已生成,可使计算能自动进行,以给出  $r$  和  $R$  值。这一布局适用于  $n=2$  的均匀水平设计。主要针对分析步骤 1 进行了说明。如果分析步骤 1 发现离群值,则要求进行分析步骤 2 或许还有分析步骤 3。为充分理解这两个增加的分析步骤,应完全核查附录 D 中的精密度确定实例,它给出了关于这些附加计算的说明。

本附录将表格标识为 B.1、B.2 等,这些表与附录 D 标为 D.1、D.2 等的表格相对应。从表 B.2 开始,表格与本标准正文表 2 和表 3 的格式不同之处在于使用双重的即并列的数据显示格式。设置这种双重的表格,当数据输入和处理时可迅速查看数据和计算的参数。

实验室间试验方案可能有 3 个分析步骤。实际要求的步骤数量依据于数据库中数据的质量或一致性。如果有离群值,那么将要求第二,可能还有第三分析步骤。这些分析操作的每一步应在计算机工作表程序的“另一页”即制表页上进行。这有利于分析和避免混乱。如任一分析操作出现离群值,有两种选择方法继续进行分析:

- a) 离群值选择方法 1:通过剔除单元而剔除——离群值的最简单选择方法是从表 B.1 所示的数据库中剔除离群值。关于这方面更详细说明,参看 B.3.2。
- b) 离群值选择方法 2:离群值的单元替代——如果选择这一方法,用附录 C 所述程序计算出单元替代值,这个选择方法包括更多的工作,但是,对于有少量实验室参加的有限实验室间试验方案数据库,可能是唯一的选择方法。

第 8,9 和 10 章说明了可能的 3 个分析步骤。如果没有离群值,只用分析步骤 1。如果出现离群值,依据数据库中离群值的度量将要求分析步骤 2 和 3。分析步骤 1 的表格说明概述如下,这是实验室间试验方案在可能剔除那些作为离群值的不协调值或不相容值之前的第一组计算(见第 8 章)。

“单元”这个词适用于两种不同的情况:是计算工作表中行与列的交点;对于任一实验室间试验方案,还是如本标准正文表 1 中的实验室与材料的组合。当涉及计算工作表时,单元这个词将用斜体字印刷。在许多情况下,它有双重用法或意义(一个表 1 单元也是一个工作表单元)。

如下所述,虽然表 B.1 可包括空白表格单元,但是数据表格单元应具有实验室间试验方案设计规定的重复数量。大多数一水平精密度实验室间试验方案,  $n=2$ , 并且每个单元必包括 2 个值。在一些实

实验室间试验方案中生成的原始数据库可能是这样一个数据库,在这个数据库中一个或多个实验室只报告某一具体材料的一个数值,即,它们不全面参加,并仅提供部分数据。这样一个实验室的部分数据不能使用,因为本附录所设置的工作表程序要求所有表 B.1 单元(分析步骤 1,2 或 3)都具有所要求的重复数量。

表的目次和名称	表的说明
B.1——来自实验室间试验方案的基本数据	如技术报告正文所述表 1 基本格式;行=实验室;在重复 1,2 格式中的列=材料。每种材料要求两个工作表列,每个实验室间试验方案单元(双列)含有两个试验结果。在生成除表 B.1 外的所有表格中,实验室和材料保持相同的行/列标识。
B.2——单元平均值,平均值平方	一个双表,单元平均值在左侧而单元平均值平方在右侧,每侧都保持表 B.1 的实验室/材料行与列格式。每一材料列计算出总和;单元平均值总和= $T_1$ ,单元平均值平方总和= $T_2$ 。对于左侧部分,还计算总平均值(所有实验室)和单元平均值的方差及标准差(所有实验室间)。 注:对这些表中的总和和不要舍去有效数字,所有计算都保持 4 个有效数字。
B.3——单元平均值偏差, $d$ 和 $h$ 值	一个双表:单元偏差 $d$ , $d$ =单元 $i$ (所有单元平均值)在左侧而单元 $h$ 值在右侧,检验单元 $h$ 值并以粗斜体字表示 5% 显著性水平所有有效值,关于 $h$ 值的计算参见附录 A。
B.4R——单元极差和单元极差平方	一个双表:单元极差在左侧而单元极差平方在右侧,对于每一左侧单元,从表 B.1 得到的单元极差可用相应的 @IF 函数将那些负差值转换为表 B.4R 中单元的正值。有必要算出每种材料的平均极差。计算每种材料的单元平方总和 $T_3$ 。
B.4S——单元标准差和方差	一个双表:单元标准差在左侧而单元方差在右侧。为便于计算每列标准差的合并方差;将结果放在左侧每列的底部。在右侧每个方差列的底部计算单元方差的总和。每种材料单元方差的总和= $T_4$ 。
B.5——单元 $k$ 值	一个单元 $k$ 值的表,关于 $k$ 值的计算,参见附录 A。每个大于或等于 5% 显著性水平的 $k$ 值,用粗斜体字表示。
B.6——精密度的计算	一个精密度计算顺序的表。每种材料为一列,对每种材料进行计算。用与其相应的前述表格相连接的工作表插入 $T_1$ 、 $T_2$ 和 $T_3$ 或 $T_4$ 。式 1 是用 $T_3$ 或 $T_4$ 计算 $s_i^2$ ,式 2 用 $T_1$ 和 $T_2$ 计算 $s_i^2$ ,式 3 用 $s_i^2$ 和 $s_i^2$ 计算 $s_k^2$ 。式 4 计算 $r$ ,式 5 计算 $R$ 。在表 B.6 的底部,给出材料均值(平均值)及标准差 $s_i^2$ 和 $s_k^2$ 。如果需要的话,还应列出分析步骤 1 的子表和分析步骤 2 的 5% 和 2% 显著性水平的离群值检验的副表。这个子表是指显示出具有 $h$ 和 $k$ 离群值的实验室。 注:表 B.6 中的 $n$ 和 $p$ 值是可变的或填入的格式。 $n$ 值为 2,但 $p$ 将依据剔除 $h$ 或 $k$ 值的实验室的单元数量而变化,对可变的 $p$ 值,应对每个材料表 B.5-R1-OD 或表 B.5-R2-OD(见 B.3.1)中的单元值进行计算。得出剔除 $h$ 和 $k$ 值后实验室的数量。计算结果输入表 B.6 的相应单元。对于填入的格式,表 B.6 中的值应手工填入。

### B.2.2 工作表设置

从工作表程序的第一页开始,将用于分析步骤 1。第一组计算是原始数据库计算。对于离群值从数据库中剔除或替代之后整套重新计算的任何分析操作,将用一个或多个额外的计算机程序页。如果每个表占据一个屏幕区域,用“页下移”命令移到下一个表,将使计算变得更容易。关于步骤 2 和 3 更详细说明参见附录 D 实例。

- a) 表 B.2 与表 B.1 连接——对于实验室 1 和材料 1,使用表 B.1 行 1 中的相应两个相邻(工作表)单元作为工作表自变量,用平均值@函数计算表 B.2 中单元 1 的平均值。所有单元重复这一计算。然后对左侧单元平均值,采用相应的平方函数公式,计算表 B.2 右侧所有单元的平均值平方。
- b) 表 B.3 与表 B.2 连接——对于材料 1,用相应的工作表公式,从表 B.2 左侧每个实验室单元平均值减去总单元平均值,得出  $d$ 。用  $d$  除以所有单元平均值的标准差,得出  $h$  值。所有材料重复这一计算。将  $h$  值的计算结果输入表 B.3 右侧相应的(行/列)单元。
- c) 表 B.4 与表 B.1 连接——对于实验室 1 和材料 1,用表 B.1 行 1(实验室 1 和材料 1)相应的两相邻单元作为工作表自变量,用标准差@函数计算表 B.4 单元 1 的标准差。所有单元重复这一计算。确保计算标准差的除数是  $(n-1)$ ,而不是  $n$ ,式中  $n$ =每种材料标准差计算值的数量。在工作表术语中,通常称为“样本”计算。用相应的算法对每一单元标准差值平方;将结果输入表 B.4 右侧方差的相应单元中。
- d) 表 B.5 与表 B.4S 连接——对于材料 1,各个(实验室内)单元标准差除以(实验室内)单元标准差合并值(合并或平均方差的平方根),得出  $k$  值。所有材料重复这一计算,将  $k$  值输入表 B.5 中相应单元中。
- e) 表 B.6 与表 B.2、B.4S 和/或 B.4R 连接——对于材料 1,使用相应的工作表功能或公式,将  $T_1$ 、 $T_2$ 、 $T_3$  和/或  $T_4$  代入表 B.6 中。所有材料重复这一操作。每个总和的来源应是表 B.2、B.4S 或 B.4R 中每一相应列底部的总和。对于表 B.6 中的计算 1,用表中给出的公式计算实验室间试验方案中所有材料的每个参数。公式用到  $n$  和  $p$  变量以及从表 B.2、B.4S 或 B.4R 代入的该材料的值,当完成表 B.6 的计算 5 时,与  $p$  和  $n$  值一起输入  $T_1$ 、 $T_2$ 、 $T_3$  和/或  $T_4$  的值(将其与前面的表连接)生成表中所有中间和最终精密度确定的值。

### B.3 精密度数据库计算的顺序

#### B.3.1 分析步骤 1 中的离群值(第 1 页)

如上所述,分析步骤 1 或该组计算应在计算机工作表程序的第 1 页上进行。如果任何不相容的值被判定为 5%显著性水平离群值,数据库应按 8.4 进行修正,剔除任一实验室的离群值或将替代值插入含有离群值的那些单元中。如果有离群值,在修正本 1(R1)数据库应进行分析步骤 2(第 2 页)。通过将第一页上所有的表 B.1~表 B.6 复制到工作表第 2 页相应的位置上,所有编程计算都是可变的,即不是定值,修正本 1 数据库的分析计算就变得更简单。现在,第 2 页上这些表就标志为(1)被替代离群值的表 B.1-R1-OR~表 B.6-R1-OR,或(2)被剔除离群值的表 B.1-R1-OD~表 B.6-R1-OD。

#### B.3.2 分析步骤 2 中的离群值(第 2 页):选择方法 1——离群值剔除

在打印输出的表 B.1 上标志包括有效  $h$  和  $k$  值的单元,有利于所有剔除操作。为了剔除数据,就是从表 B.1 中剔除所有 5%显著性水平的  $h$  或  $k$  值单元。在这里,单元涉及实验室间试验方案设计,而不是工作表单元,即,剔除每一实验室间试验方案设计单元的占据两个工作表单元的两个值。当完成这一操作时,工作表程序就会在表 B.2-R1-OD~表 B.6-R1-OD 中的一些计算单元位置给出 ERR 指数。这是由于剔除了表 B.1-R1-OD 以及一些其后的表中一个或多个自变量值。

ERR 符号将出现在两个常规位置:

- a) 在列中,作为来自其前面的表按表的次序输入的数据,即用于计算具体列的参数如平均值、标准差等的值。
- b) 在列的底部,平均值、标准差等最初位于这里。为修正表格,由第一个包括 ERR 符号的工作表单元的表格开始,剔除输入数据的 ERR 单元,而不是一个列底部的 ERR 单元。修正数据输入值或单元将自动修正该列底部的 ERR(计算值)。

工作表“剔除”操作将 ERR 单元变为空白单元。所有表格的操作相同,直到将所有 ERR 标记都被

剔除,并用空白值但不是零取代。这将对所有参数生成正确的计算。然后从所有表中剔除由前表剔除生成的零单元值。如果不被剔除,表列底部的计算就会是错误的。对于选择方法 1,离群值剔除,修正的精密参数会自动计算得出,并在所有 ERR 输入剔除后出现在第 2 页的表 B. 6-R1-OD。

### B. 3.3 分析步骤 2 中的离群值(第 2 页):选择方法 2——离群值替代

当选择该方法时,将数据替代值或 DR (见附录 C 替代值的确定)插入含有离群值的单元,表 B. 1 的实验设计单元插入附录 C 确定的(各个)单元数据替代值(试验结果),DR1 和 DR2。其处于有效  $h$  或  $k$  值的单元。如果出现任何 ERR,就加以修正。如 B. 3.1 和 B. 3.2 所述,对于选择方法 2,填入数据替代值或 DR,修正的精密参数就会自动计算得出,并出现在第 2 页的表 B. 6-R1-OR 中。

### B. 3.4 分析步骤 3 中的离群值(第 3 页)

如果没有 2%显著性水平离群值,那么(第 2 页)修正本 1 的精密参数为最终结果。

- a) 如果有 2%显著性水平离群值,按上述程序(5%显著性)进行选择方法 1 剔除所有离群值,生成修正本 2OD 数据库;或者选择方法 2 并计算替代值。当将其填入修正本 1OR 数据库时,就生成修正本 2OR 数据库。
- b) 如果有离群值,将工作表第 2 页进行的表 B. 1-R1-OR~表 B. 6-R1-OR 或表 B. 1-R1-OD~表 B. 6-R1-OD 复制到带有上述变量的工作表程序第 3 页。当按如下程序进行时,这些修正本 2 表格就会被标志表 B. 1-R2-OR~表 B. 6-R2-OR 或相应的表 B. 1-R2-OD~表 B. 6-R2-OD。第 3 页分析的目的在于剔除或替代 2%显著性水平离群值,从而生成最终修正本 2 精密参数。
- c) 离群值从任一单元中剔除或数据替代值已计算出来(使用附录 C)并填入第 3 页表 B. 1-R2-OR 或表 B. 1-R2-OD 的相应单元时;任何 ERR 符号被剔除后,新的精密参数将出现在第 3 页表 B. 6-R2-OR 或表 B. 6-R2-OD。对于实验室间试验方案,第 3 页表 B. 6-R2-OR 或表 B. 6-R2-OD 的值就是最终精密参数,  $r$  和  $R$ 。

### B. 3.5 精密参数结果的舍入

将表 B. 6、表 B. 6-R1 或表 B. 6-R2(任一种离群值选择方法)给出的最终精密参数转换成表 6 格式(见 12.1),用于插入试验方法标准中。当完成这一操作时,应将最终精密参数舍入到通常实践中在技术上所能获得的有效位数或数字,大概比通常所使用的多一个有效数字。不保留超出这一数字的多余数字。

## 附录 C

(规范性附录)

## 被剔除离群值的替代值的计算程序

## C.1 引言

分析步骤 1,如果在 5%显著性水平下有离群值,有两种选择方法:选择方法 1 是剔除离群值,从而生成修正的,即 R1 数据库。选择方法 2 是以基本上保持非离群值数据分布的方式替代离群值,详细说明见 C.2 章。本附录提供在 5%或 2%显著性水平下有离群值时涉及替代程序的算法。

有限数量实验室(约 6 个或更少)的小数据库中有离群值时,通常选择离群值选择方法 2(替代)。为保持数据库的大小替代而不是剔除离群值。但计算替代值的程序应是数据库中“与观测的数据分布一致的程序”。本附录所述的替代程序实现了这个目的,包括两种替代类型的确定或计算。

## C.2 替代程序

替代程序(步骤 1 或步骤 2)是用真实值替代离群值的程序。操作第一步是确定每个离群值“单元平均值”和“单元标准差”的替代值。第一种类型替代称为参数替代即 PR。如下所述,可能有两种类型的 PR 填入数据库中。虽然只选取一种,但对两种类型都作了说明,以便说明所选取的第二种类型替代的优点。

## C.2.1 平均参数替代的分布

PR 的第一种做法是向数据库插入一个值,这个值等于任一材料所有单元值的分布或实际值数据库平均值。有两种类型平均分布:

- a) 单元平均值;
- b) 单元标准差或单元极差。

术语“平均值”适用于两者。如果只考虑一个 PR 并且有 10 个或更多实验室,基本上不改变分布的性质。

但是,如果替代 2 个或更多离群值并且实验室数量比 10 个少得多。这将使分布变窄,从而给出下列值的错误乐观值:

- a) 最终精密度结果的标准差(如果没有进一步发现离群值);
- b) 在 2%显著性水平下用于离群值检验的  $h$  和/或  $k$  统计量的分母标准差。

因此,不选择这种类型的替代。

## C.2.2 上升顺序趋势(AOT)参数替代

PR 另一种做法是用一个基本上保持 8.2 所讨论的上升顺序趋势坐标图所示的分布数值。称为上升顺序趋势即 AOT 替代或单元平均值的 PR。每个 AOT 替代或 PR 基本上是个预测值,是一个在生成 AOT 坐标图中不存在“离线”行为离群值的意外紊乱情况下,有关实验室所预测的值。这个 AOT 替代没有使观测的分布与平均值替代分布在相同意义上变窄。

## C.3 离群值替代类型

有两种离群值替代类型:前面所讨论的参数替代(PR)和数据替代值(DR)。所有离群值的单元平均值和单元标准差(或极差)的 PR 确定后,下一步是包括离群值参数的表 B.1 的每一单元 PR 的计算。

将 DR 插入表 B.1 数据中生成表 B.1-R1-OR,由新的 R1 数据库(见附录 B 和表 B.1~表 B.6 系列)重新计算修正的精密度值。对原数据表 B.1 进行修正生成表 B.1-R1-OR,其后的所有表 B.2-R1-OR~表 B.6-R1-OR 用附录 B 所述的自动计算程序重新计算。本附录 C 是有两个单元值即  $n=2$  的均

匀水平设计程序。 $n=3$  时可对该程序略加修改。附录 D 中关于门尼黏度试验的精密度实例说明了本附录以及附录 A 和附录 B 中所述的整个 AOT 替代程序和操作。

#### C.4 5%显著性水平离群值 PR

5%显著性水平的离群值替代应按下面 a)~c)所述的 AOT 替代程序进行。原则上该程序适用于任一数据库:原始数据库、R1 数据库或 R2 数据库。R1 和 R2 数据库可能会有由前面的离群值替代程序所确定的 PR。

- a) PR:“单元平均值”离群值——对于每种材料,通过单元平均值 AOT 坐标图的中心数据点区域画一条(最小平方型)直线并延伸到坐标的两端。此外,也可以使用线性回归法画一条直线,但数据组不应包括任何离群值端点。对于离群值(坐标的低或高端),确定离群值(坐标中点)与相应实验室的  $x$ -轴位置上延伸线上的点之间的差。离群值加上或减去此差,生成在  $x$  轴位置“线”上的新值。对每个离群值,这“线上”值就是该实验室的单元平均值的 PR。
- b) PR:“单元极差”离群值——对于每种材料,通过单元极差 AOT 坐标图的中心数据点区域画一条直线,并延伸到坐标的高值端。重复上述 a)程序,确定该线上的一个新值。对每个离群值,这“线上”值就是该实验室的单元极差的 PR。
- c) PR:“单元标准差”离群值——如果最初计算的是单元标准差而不是单元极差,使用上面 b)中单元极差离群值所述的相同程序确定标准差的 PR。对于  $n=2$  的实验室间试验方案,可用  $w=(\text{标准差}) \times 2^{1/2}$  将单元标准差转换为单元极差  $w$ 。用下面公式计算极差的 DR 值。

注:用下面公式计算 DR 时,可将极差变为标准差。对  $n=2$  的实验室间试验方案,将极差  $w$  的值即(标准差)  $\times 1.414$  代入公式中。

#### C.5 5%显著性水平离群值 DR

所有 5%显著性水平离群值单元平均值和单元标准差(或极差)的 PR 确定之后,下一步是计算填入表 B.1 中的 DR。对于 DR 计算程序,用不是离群值的值保留在数据库中做为其观测值。例如,当只需要替代一个单元平均值(即单元极差或标准差不是离群值)时,实际的或现存的单元极差不因替代而改变。此外,当只需要替代一个单元极差或标准差时,应保存现有的单元平均值。需要计算 DR 的 PR 有 4 种可能的组合。这些组合在下面 a)~d)步骤中加以说明。

- a) 没有单元极差离群值的单元平均值离群值——对于单元平均值离群值的两个 DR,用式(C.1)和式(C.2)对 PR(单元平均值)加上或减去原始或现存单元极差 ECR 的一半。得出两个单元值 DR1 和 DR2,从而得出单元平均值替代值。将这替代值填入表 B.1 数据库中。

$$DR1 = PR(\text{单元平均值}) + ECR/2 \dots\dots\dots (C.1)$$

$$DR2 = PR(\text{单元平均值}) - ECR/2 \dots\dots\dots (C.2)$$

为了避免过多符号的混淆,所有 DR(4 种的每一类)标志为 DR1 和 DR2。

- b) 带有单元极差离群值的单元平均值离群值——这种情况的两个 DR,用式(C.3)和式(C.4)对 PR(单元平均值)加上或减去 AOT 坐标图确定的 PR(单元极差)的一半。得出两个新的单元数据值 DR1 和 DR2,从而得出单元平均值和单元极差替代值,将这 DR 填入表 B.1 数据库中。

$$DR1 = PR(\text{单元平均值}) + PR(\text{单元极差})/2 \dots\dots\dots (C.3)$$

$$DR2 = PR(\text{单元平均值}) - PR(\text{单元极差})/2 \dots\dots\dots (C.4)$$

- c) 没有单元平均值离群值的单元极差离群值——这种情况下两个 DR,用式(C.5)和式(C.6)对原始或现存 ECA 平均值加上或减去 AOT 坐标图确定的 PR(单元极差)的一半。得出两个新的单元数据值 DR1 和 DR2,从而得出原始单元平均值和单元极差替代值,将其填入表 B.4R 数据库。

$$DR1 = ECA + PR(\text{单元极差})/2 \dots\dots\dots (C.5)$$

$$DR2 = ECA - PR(\text{单元极差})/2 \dots\dots\dots(C.6)$$

- d) 带有单元平均值离群值的单元极差离群值——按上述 b) 程序。得出两个单元平均值和单元极差替代值。将其填入表 B.1 数据库。

**C.6 2%显著性水平离群值 PRs**

对于分析步骤 2 的修正即 R1 数据库的检验,按 C.5 和 C.6 章中适用于 2%显著性水平的说明。

- a) PRs:“单元平均值”离群值——对于每种材料,用表 B.1-R1-OR 的修正数据绘制单元平均值数据坐标图,生成一个新的 AOT 坐标图。表 B.1-R1-OR 格式中的数据将有 5%显著性离群值的所有替代值。按 C.5 章所述的程序,确定 2%显著性水平离群值的“单元平均值”PR。
- b) PRs:“单元极差”离群值——对于每种材料,用表 B.1-R1-OR 的修正数据重新将单元极差数据代入一个 AOT 坐标图中。按 C.5 章所述程序确定 2%显著性水平离群值的“单元极差”PR。
- c) PRs:“单元标准差”离群值——如果计算的是单元标准差而不是单元极差,用 C.5 章所述的单元极差程序计算标准差替代值。如上所示,对于  $n=2$  的实验室间试验方案,可用公式  $w=(\text{标准差}) \times 2^{1/2}$  将单元标准差转换为单元极差  $w$ 。

**C.7 2%显著性水平离群值 DRs**

所有 2%显著性水平的单元平均值和单元标准差(或极差)离群值的 PR 确定之后,下一步是表 B.1 中 DR 的计算。生成表 B.1-R2-OR 格式,以便由新的 R2 数据库(见附录 B)对修正的精密度值(重复性、再现性)进行重新计算。与 5%显著性水平计算一样,有 4 个可能的离群值参数组合要求对 R2 数据库进行数据替代。2%显著性水平的离群值考虑的是修正的 R1 数据库。在 R1 数据库中替代 2%显著性水平离群值(PR 和 DR)之后,就变为 R2 数据库,并用于计算重复性和再现性的最终值。参看图 1 中的流程树图。

对于 C.5 章讨论的 4 个离群值类型,根据条款中给出的公式使用 R1 数据库的 AOT 坐标图确定的 PR 重复 DR 计算。

## 附录 D

(规范性附录)

## 精密度确定的实例——门尼黏度试验

## D.1 引言

本附录介绍一水平“三步分析”精密度确定的一个实例,重点说明怎样剔除离群值和怎样修正原始数据库以获得无离群值影响的精密度稳健评估。精密度的所有计算,从基本表 1(或对应的表 B.1)的格式开始,用附录 B 所述的一系列表格的计算公式和操作。本附录 D 中所有表与附录 B 中标志的类似,只是标志符号为 D。因此,本附录中表 D.1 对应附录 B 中的表 B.1,表 D.2 对应表 B.2 等。

可以选择两种离群值处理选择方法:选择方法 1 是剔除所有离群值,并根据修正的和缩小的数据库计算精密度结果。选择方法 2 是用 AOT 替代值替代离群值,并根据修正的数据库计算精密度结果。这两种选择方法在本实例中都有说明。虽然本标准没有说明,但是用 GB/T 6379.5 给出的其他分析公式 A 和 S 对这些数据库也进行了计算。比较并讨论了选择方法 1 和 2 精密度结果与 GB/T 6379.5 分析结果。说明另一个特点:统计分析者所用判断技术可改变具体真实的离群值剔除程序的结果,对其原因进行了引证。

门尼黏度试验的实验室间试验方案是 20 世纪 80 年代中期,使用当时的 ISO 289 版本进行的。4 种材料(橡胶),9 个实验室参加了实验室间试验方案。橡胶标志为材料 1~4,试验的一些细节说明如下:

材料编号	材料名称	试验条件
1	SBR1712(充油 37.5)	ML1+4@100 °C
2	II R(丁基橡胶)NIST SRM388	ML1+8@100 °C
3	NR(天然橡胶)	ML1+4@100 °C
4	SBR1712BMB(37.5,65N339)	ML1+4@100 °C

NIST——国家标准与技术研究所,是美国国家标准局的新名称。

SRM——由 NIST 开发的标准参考材料。

BMB——炭黑母炼胶:37.5 油+65N339 炭黑。

将 4 种材料的样本送到 9 个参加的实验室( $p=9$ ),黏度试验在相隔一周的两个单独日进行。一个试验结果是在所示的时间和温度下的一个门尼黏度确定(试验)值。因此,对于这一实验室间试验方案, $p=9$ , $q=4$  和  $n=2$ 。1 型精密度由试验前的另一个操作决定:材料 1,3 和 4 是开炼机混炼的,材料 2 即 II R SRM,未经开炼机混炼,因为对这种参考材料未做规定。

## D.2 门尼黏度精密度确定实例的组织

确定任一给定实验室间试验方案精密度的作法是使用图 1 所述的步骤顺序并参考概述(见 7 章)的讨论。第 8 章,第 9 章和第 10 章有详细说明;如果分析步骤 1 发现离群值,选择一个离群值选择方法,分析按步骤 2 进行,根据这一决定,如果需要再进行分析步骤 3。但是,为了在本实例中更好地说明精密度的确定,对这两种离群值选择方法都进行了计算。虽然离群值替代是选择方法 2,但是这个选择方法的计算将作为第一部分首先用实例说明。之后,较简单的离群值剔除选择方法 1 将作第二部分用实例说明。下面给出数据的初步和图示检验,在第二部分离群值剔除选择方法中将不再重复。

## D.3 第一部分:一水平分析——选择方法 2:离群值替代

## D.3.1 分析步骤 1——初步检验

表 D.1 设置在计算机工作表程序的第 1 页上(见附录 B),按 8.3 规定的格式对原始数据制表。虽

然分析步骤不必遵循这种作法,但有必要获得表中所有列的平均值和标准差,并能提供一些资料对这些计算结果加以说明。

下一步操作是生成 B. 2. 2a) 和 B. 2. 2b) 所述的表 B. 2 和表 B. 3, 如上所述, 基础数据表 2 和表 3 的数据计算与双表格式的其他制表和计算相结合。这种双表格式对于全面分析是必要的, 并在附录 B 中已有充分说明。因此, B. 2. 2a) 所要求的表 B. 1 格式在表 D. 2 左侧给出, B. 2. 2b) 所要求的表 B. 3 数据制表格式单元内标准差在表 D. 4S 左侧给出, 单元内极差在表 D. 4R 中给出。

实验室间试验方案数据的图示检验用图 D. 1~图 D. 4 进行。图 D. 1 给出材料 1 和 2 黏度递升顺序的“单元平均值”门尼黏度与实验室编号的坐标图, 图 D. 2 给出材料 3 和 4 的同类坐标图。这些坐标图有两个目的: 原始数据的初步检验和用于如附录 C 中 C. 2. 2 所述计算离群值的选择方法 2AOT 替代值的第二步操作。

图 D. 1 表明, 材料 1 可能有两个潜在的高群值——实验室 9 的一个低离群值和实验室 6 的一个高离群值。这些值偏离了中心区域基本直线性的趋势线。趋势线将用于以后的 AOT 替代操作。对于材料 2, 显示出实验室 1 有一个高的潜在离群值。在图 D. 2 中, 对于材料 3, 实验室 9 的有个低的潜在离群值, 材料 4 有两个潜在离群值——实验室 9 的低离群值和实验室 8 的相对高的离群值。

图 D. 3 和图 D. 4 中的单元极差坐标图与单元平均值坐标图稍有不同。没有低端离群值, 所有的低值都显示良好的一致性, 因此这些坐标图便在中心线性区域之前具有初始低端曲线性质。材料 1 有实验室 4 和实验室 1 的两个潜在高端单元极差离群值。材料 2 没有潜在离群值。图 D. 4 中的材料 3 和 4 都有实验室 4 的潜在离群值, 实验室 9 可能也有一个。图 D. 1~图 D. 4 的坐标图给出 4 种材料中每种数据一致程度的总体印象。这些图的其他特点将在下面讨论。

#### D. 3. 2 原始数据库的精密度计算和离群值检验

分析步骤 1 开始于原始数据库的  $r$  和  $R$  精密度值的计算。用附录 C 中程序  $r$  和  $R$  的初始计算为离群值剔除后, 减少两个参数相比较建立了一个起点或基础。下一步是数据库的检验, 以剔除 5% 显著性水平的离群值。这两步操作将同时进行, 并且随表 D. 1~表 D. 6 每个表的依次检验进行说明。

表 D. 2 对所有 4 种材料以双表格式设置, 左侧为单元平均值, 右侧为单元平均值平方。求出表中每列或每种材料的两个总和, “单元平均值”的  $T_1$  和“单元平均值平方”的  $T_2$  (表 D. 6 中最终精密度分析所要求)。还给出总单元平均值和所有 9 个实验室的各个单元平均值的方差和标准差的结果。

表 D. 3 左侧含有“单元平均值”偏差  $d$ , 右侧含有单元  $h$  统计量, 其中, 每一种材料:

$$d = Y_{AV}(i) - \bar{Y}_{AV} \quad \dots\dots\dots (D. 1)$$

$$h = d/s(Y_{AV}) \quad \dots\dots\dots (D. 2)$$

式中:

$Y_{AV}(i)$ ——第  $i$  单元平均值;

$\bar{Y}_{AV}$ ——所有单元平均值的平均值;

$s(Y_{AV})$ ——单元平均值的标准差(见附录 A)。

$\bar{Y}_{AV}$  和  $s(Y_{AV})$  值在表 D. 3 左侧的底部附有说明。在表的右下方, 一个插入的副表给出所示实验室数量, 即,  $p=9$ , 5% 显著性水平  $h$  (临界值),  $h$  和  $k$  临界值在附录 A 表 A. 1 中给出。等于或超过临界值 1.78 的计算的列  $h$  值(每种材料)用粗斜体表示。有 4 个单元含有效  $h$  值: 实验室 1/材料 2 和实验室 9/材料 1, 3 和 4。

表 D. 4R 和表 D. 4S 给出试验日 1 与试验日 2 试验结果的差异, 实际上, 只需要这两个表中的一个, 但本实例这两个表都绘制了。表 D. 4R 左侧含有“单元内”极差和右侧含有单元极差平方, 对于每种材料, 给出了“单元极差”平方的总和  $T_3$ 。可将  $n=2$  的实验室间试验方案的单元极差用公式标准差 =  $w/(2)^{1/2}$  (式中  $w$  是极差) 转换为标准差。表 D. 4S 左侧含有“单元内”标准差, 右侧含有方差(标准差平方)。在右侧, 给出每一种材料所有方差的总和  $T_4$ , 以及合并或平均方差。

用表 D. 5 进行离群值的单元标准差分析。每种材料所有单元  $k$  值的表用下列公式生成:

$$k = s_i/s_r \quad \dots\dots\dots (D.3)$$

式中:

$s_i$ ——实验室  $i$  单元标准差;

$s_r$ ——(所有实验室间)合并单元标准差(见附录 A)。

合并标准差(合并或平均方差平方根)在表 D.4S 和表 D.5 的底部给出。表 D.5 有个插入的副表,给出了  $p=9$  和  $n=2$  的 5%显著性水平的  $k$ (临界)值。有 3 个计算的  $k$  值等于或高于临界值 1.90;实验室 4 的材料 1,3,和 4。这些单元用粗斜体字表示。

分析步骤 1 完成。

在进行分析步骤 2 之前,建议查阅表 D.6 原始数据库的精密度结果。 $r$  值介于 0.74 与 3.43 之间, $R$  值介于 1.95 与 15.15 之间。如果在分析步骤 1 中不剔除离群值,这个表就结束了该分析操作,出现在表 D.6 中的值用于绘制精密度结果的一个最终表,以便插入到试验方法标准中。除了给出  $r$  和  $R$  最终值的表 D.6 中的 5 个内部计算之外,该表还给出每种材料的平均值,以及重复性标准差  $s_r$  和再现性标准差  $s_R$ 。 $h$  和  $k$  统计的分析步骤 1 离群值分析的结果在表 D.6 底部的副表中给出。分析步骤 1 离群值分析已显示出 5%显著性水平离群值。这些离群值的存在要求在修正的实验室间试验方案数据库上进行分析步骤 2 操作。

### D.3.3 分析步骤 2——离群值处理

分析步骤 2 程序有两个趋势:

- a) 生成一个修正的数据库,据此采用附录 B 提出的程序进行第二轮计算,求出  $r$  和  $R$  的修正值;
- b) 检验修正数据库,以剔除 2%显著性水平的潜在离群值。

#### D.3.3.1 表格名称

分析步骤 2 开始于分析步骤 1 中 5%显著性水平离群值的选择方法 2 替代值的计算。在预备程序中,生成第二组工作表。为使分析步骤 1 和分析步骤 2 中表的比较和表格标志更方便,分析步骤 2 中表格名称保持 D.1~D.6 标志,外加两个符号。首先,添加 R1,即分析步骤 1 中的表 D.1 在分析步骤 2 中变为表 D.1-R1。对于选择方法 2 的表格,添加的第二个符号是 OR,这里 OR 表示“替代离群值”。因此,分析步骤 1 的表 D.1 在分析步骤 2 选择方法 2 操作中变为表 D.1-R1-OR。谨记分析步骤 1 是在原始数据库上进行的。

#### D.3.3.2 分析步骤 2——5%显著性水平离群值的替代

为实现离群值选择方法 2,应为分析步骤 1 中的离群值求出 AOT 替代值。关于 AOT 程序参看附录 C,基本上需要进行两个计算。第一步是获得 AOT 单元平均值替代值,其中,平均值适用于单元平均值、单元标准差或极差。这些替代值定义为参数替代值即 PR(见附录 C)。这一程序操作完成后,第二步是单元数据替代值即 DR 的计算,该值对于 R1 数据库新的一组精密度值的计算是必不可少的。

- a) PR(单元平均值替代值)——“单元平均值”操作同时采取附录 C 的程序与图 D.1~图 D.4。在图 D.1 中,实验室 9 的值在分析步骤 1 中被判为离群值,用附录 C 程序获得实验室 9/材料 1 的 PR 值 51.4,用一个十字表示。同样获得实验室 1 的材料 2 的 PR 值 71.7。在图 D.2 中,用相同方法计算得出实验室 9 的两种材料的 PR 值(71.0 和 94.5),在图 D.3 中,实验室 4 的极差 PR 值计算为 0.85。图 D.4 中,同样分别得出实验室 4 的材料 3 和 4 极差 PR 值 1.20 和 2.20。单元平均值的 PR 列为表 D.7 中 A 部分的第 1 项,而单元极差的 PR 列为表 D.7 中 A 部分第 2 项。

下一步操作是将这些 PR 转换为 DR(单元数据替代值)。要求 DR 填入表 D.1 中,以生成新的表 D.1-R1-OR。

- b) DR(单元平均值数据替代值)——如附录 C 所述,有两类 DR。在本实例中,所有 DR 都是第一类:“没有单元极差离群值的单元平均值离群值”,因此,预定替代的单元没有伴随的单元极差(或标准差)离群值。这第一类 DR 可用下列程序计算选择的单元:

- 1) 前面所获得的 PR;
- 2) 该单元的现有单元极差(ECR),使用附录 C 中式(C. 1)和式(C. 2)。

表 D. 7 中 B 部分第 3 项中的数据代入两个公式获得(1)A 部分中的 PR,(2)4 个有关单元现有的单元极差(ECR)(这些填入 A 部分中平均值的圆括号内)。计算的两个 DR 填入表 D. 7 中 B 部分第 3 项中。

- c) DR(“单元极差”数据替代)——表 D. 7 中 A 部分第 2 项中所列的 PR 应转换成 DR。3 个值都属第 3 类,即“没有单元平均值离群值的单元极差离群值”。从 PR 转换成(成对的)DR 用下列程序获得:

- 1) 前面所获得的 PR;
- 2) 单元现有的单元平均值(ECA)和附录 C 中式(C. 5)和式(C. 6)。

这些计算结果填入表 D. 7 中 B 部分第 4 项中。

#### D. 3. 3. 3 分析步骤 2 ——有离群值替代值的修正数据库的精密度

离群值替代值已经计算得出并列在表 D. 7 中,就可对修正的数据库进行再分析。这开始于表 D. 1-R1-OR。将表 D. 1-R1-OR 中单元离群值更换为表 D. 7 中的各个 DR,以斜体表示。当所有单元的替代值填入表 D. 1-R1-OR 时,修正本 1(R1)精密度结果就出现在表 D. 6-R1-OR 中。

表 D. 6-R1-OR 表明重复性  $r$  已被减小,在 0.76~2.29 之间; $R$  介于 1.76~11.27 之间。在总的(合并的)基础上,使用离群值替代程序生成的 R1 数据库,重复性  $r$  降低指数 0.88(即  $r$  减小了 12%),再现性  $R$  降低指数 0.76(即  $R$  减小了 24%)。

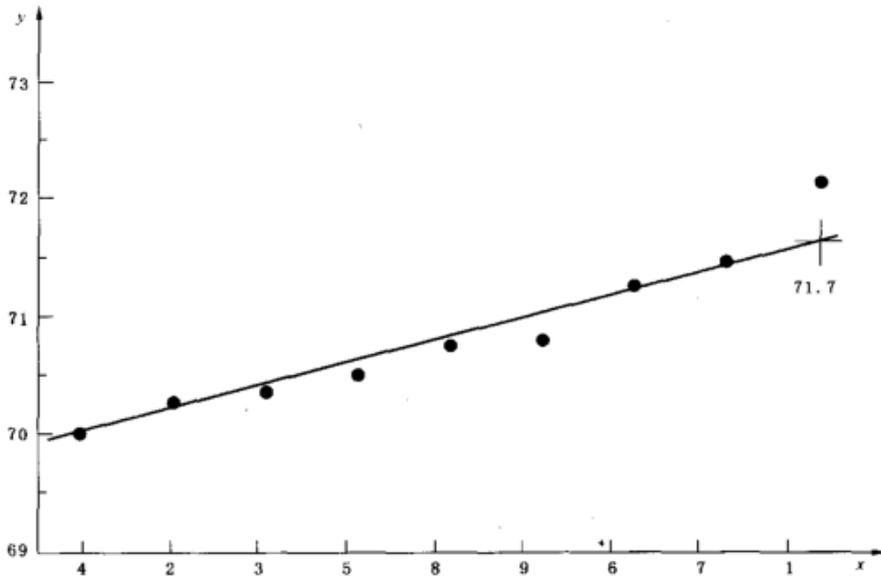
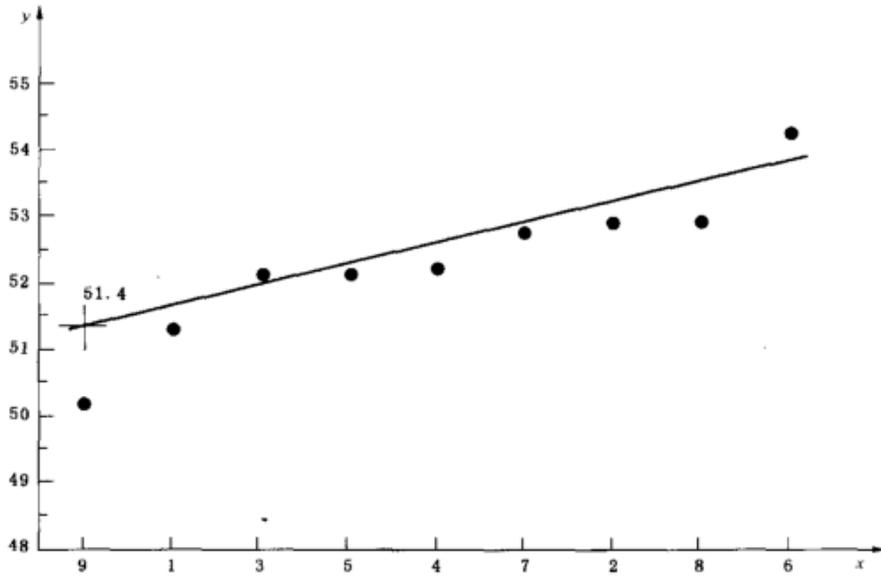
#### D. 3. 3. 4 分析步骤 2 ——2%显著性水平离群值的剔除和替代

当将 5%显著性水平离群值的替代值填入表 D. 1(即表 D. 1-R1-OR)中时,所有其后表格的计算将自动进行。2%显著性水平  $h$  和  $k$  临界值由附录 A 表 A. 1 查得,表 D. 3-R1-OR 显示材料 4 实验室 8 有一个单元平均值离群值。计算的  $h$  值 2.07 超过了临界  $h$  值 2.00。表 D. 5-R1-OR 显示材料 1 实验室 1 有个单元极差(和标准差)是离群值,计算的  $k$  值 2.15 超过了 2%显著性水平临界值 2.09。

分析步骤 2 的最后一步是计算 2%显著性水平离群值的替代值。图 D. 5 给出材料 1 的 AOT 坐标图,其极差值 0.80 表示为实验室 1 离群值 1.10 的替代值,还有材料 4 的坐标图,实验室 8 的离群值 101.5 替代值即 PR 单元平均值 99.2。这两个离群值的 PR 需要转换成 DR,单元极差的平均值 0.80 和单元平均值 99.2 都用附录 C 中公式转换成 DR。这些替代值以粗斜体字显示在表 D. 7 中。

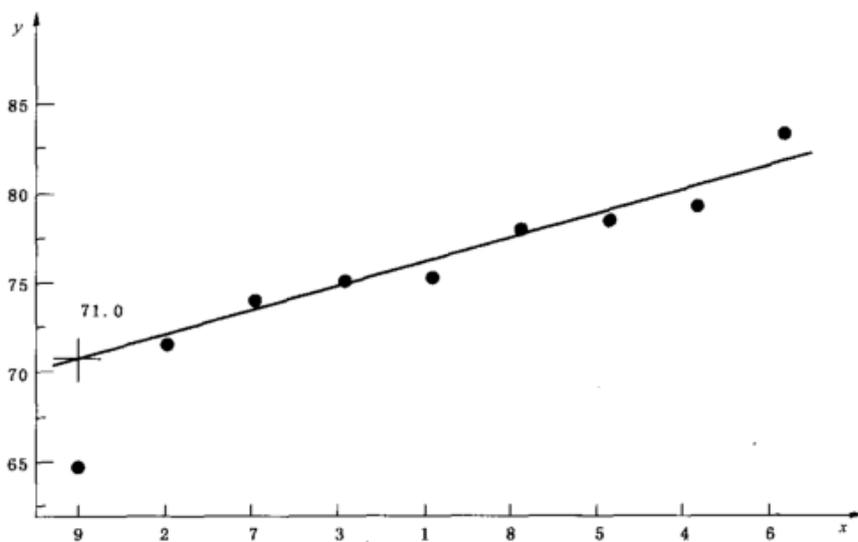
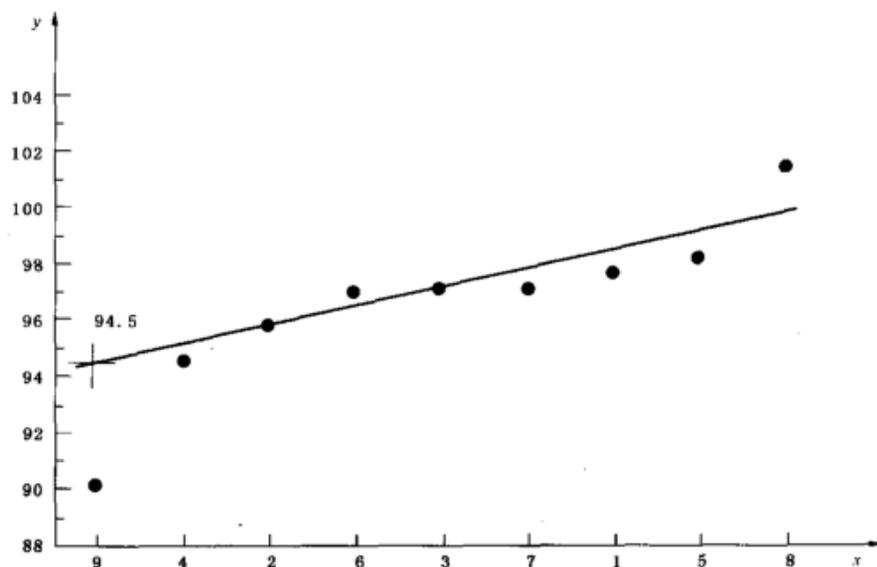
#### D. 3. 3. 5 分析步骤 3 ——第一部分的最后操作

当分析步骤 2 中的两个 2%显著性水平离群值的 DR 填入表 D. 1-R1-OR 中替代了离群值后,生成一个新表格,表 D. 1-R2-OR。这个新表 D. 1-R2-OR 是修正本 2 数据库。参看表 D. 1-R2-OR~表 D. 6-R2-OR 的次序;最后那个表给出了最终的修正本 2/选择方法 2 的重复性和再现性。对改善的精密度,即  $r$  和  $R$  减小的评论,将放在第二部分进行选择方法 1 分析之后。



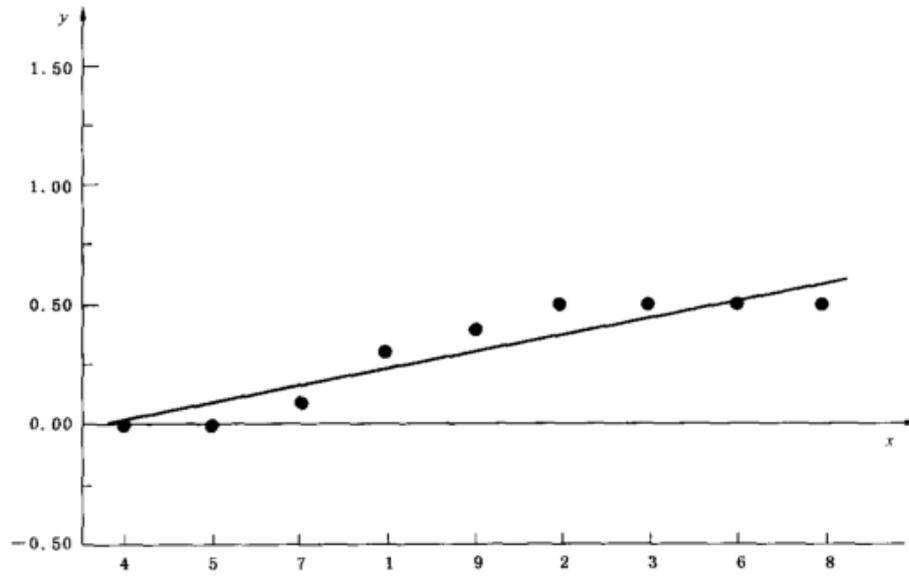
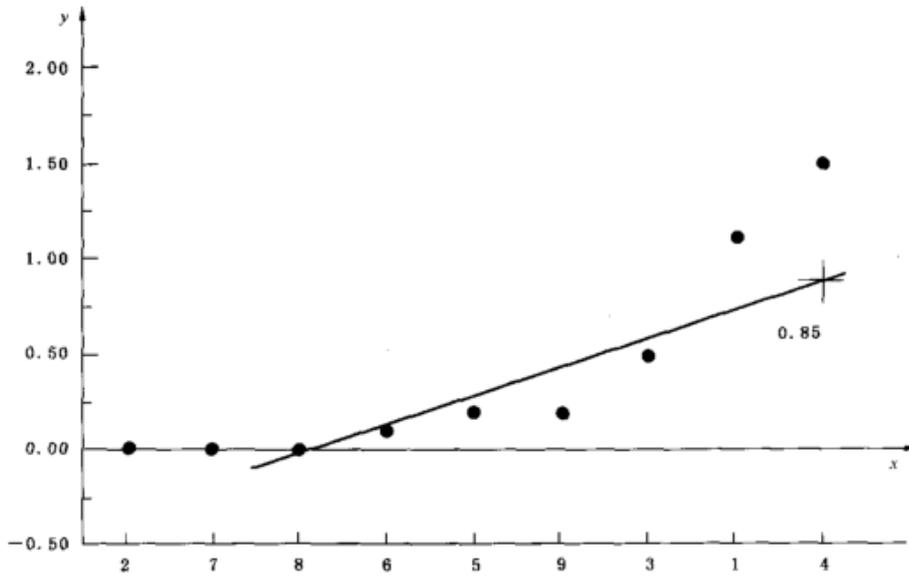
$x$ ——实验室序号(以结果递升顺序排列);  
 $y$ ——门尼黏度 ML。

图 D.1 材料 1(上图)和 2(下图)原始单元平均值的 AOT 坐标图  
 (带有线性趋势线和示出的 PR)



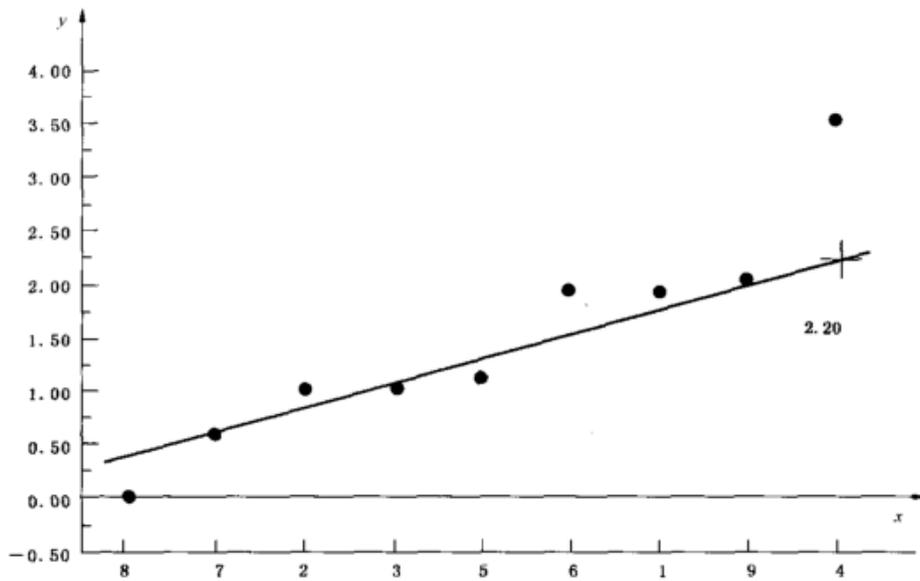
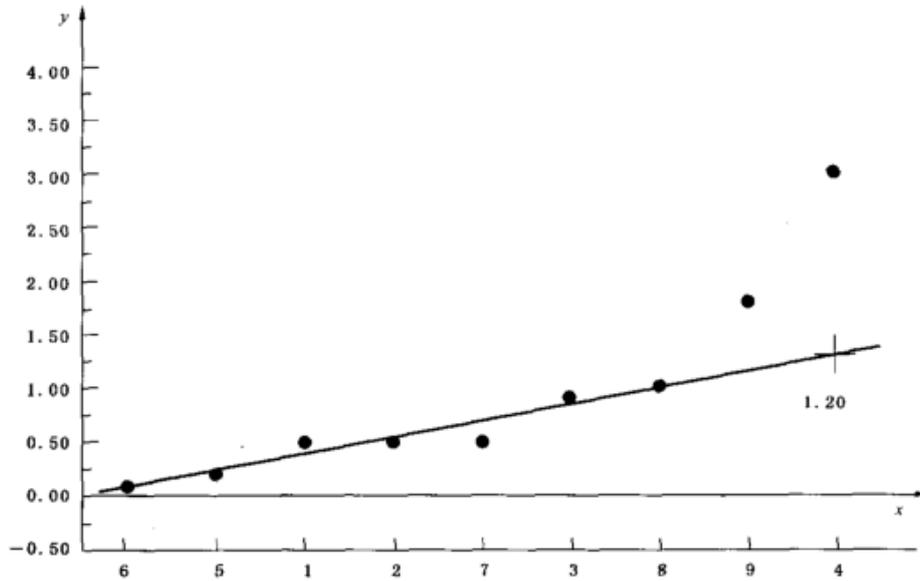
x—实验室序号(以结果递升顺序排列);  
y—门尼黏度 ML。

图 D.2 材料 3(上图)和 4(下图)原始单元平均值 AOT 坐标图  
(带有线性趋势线和示出的 PR)



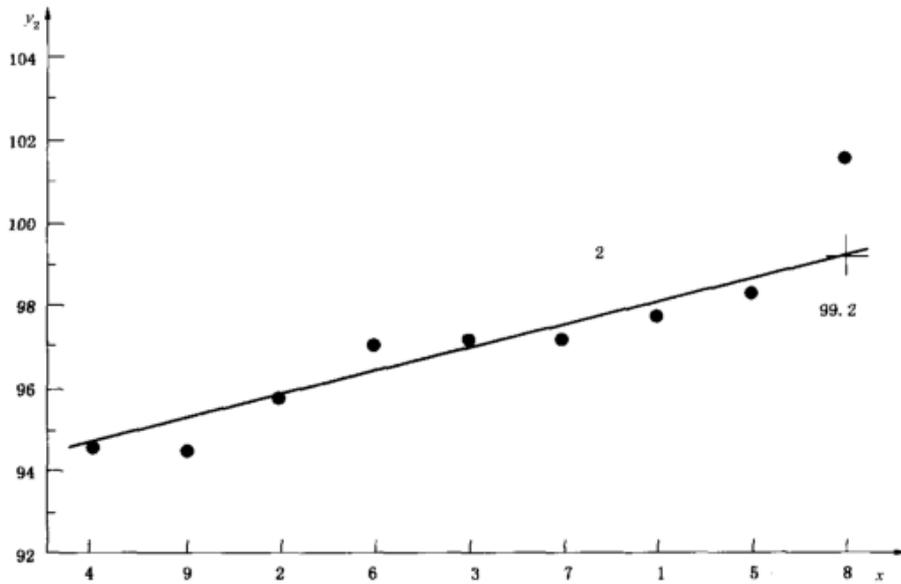
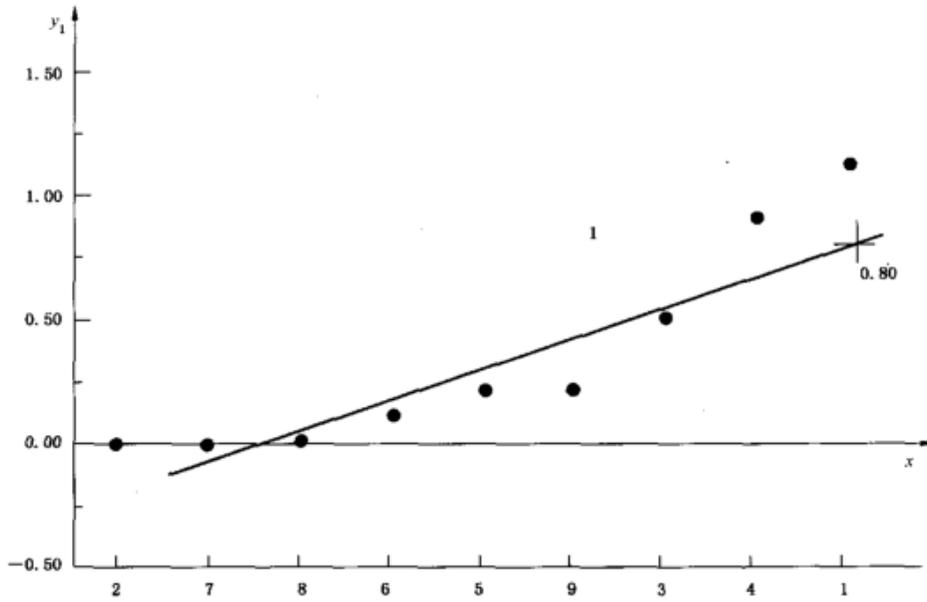
$x$ ——实验室序号(以结果递升顺序排列);  
 $y$ ——单元极差(绝对值)。

图 D.3 材料 1(上图)和 2(下图)原始单元极差 AOT 坐标图  
 (带有线性趋势线和示出的 PR)



x——实验室序号(以结果递升顺序排列);  
y——单元极差(绝对值)。

图 D.4 材料 3(上图)和 4(下图)原始单元极差 AOT 坐标图  
(带有线性趋势线和示出的 PR)



- x—实验室序号(以结果递升顺序排列);
- y<sub>1</sub>—单元板差(绝对值);
- y<sub>2</sub>—门尼黏度 ML;
- 1—材料 1:替代 5%显著性 h 离群值;
- 2—材料 4:替代 5%显著性 h 离群值。

图 D.5 材料 1(上图)和 4(下图)修正本 1 数据库 AOT 坐标图  
(带有线性趋势线和示出的 PR)

#### D.4 第二部分：—水平精密度分析——选择方法 1：离群值剔除

##### D.4.1 分析步骤 1——初步检验

选择方法 1 第二部分的大部分工作已在第一部分完成。图 D.1-D.5、表 D.7 和表 D.6-R2-OR 底部的两个副表都给出了在第一部分分析中判为  $h$  和  $k$  离群值的值。如果选择方法 1 离群值剔除是个最初分析决定即分析步骤 1 之后的决定，数据的初步检验和上述原始数据库的精密度计算和离群值检验就是第二部分分析的第一步操作。这些构成分析步骤 1 的第二部分，在此无需重复。对于这第二部分/—水平精密度分析选择方法 1（离群值剔除）的讨论，分析步骤 2 的表格标志符号是 OD，表示“离群值剔除”。

##### D.4.2 分析步骤 2

###### D.4.2.1 5%显著性水平离群值的剔除

由于在第一部分中所有离群值已经检验并剔除，第二部分分析所要求的就是剔除程序。但是，在一个实验室间试验方案的一般分析中，如果最初决定是选择选择方法 1，则在现在所述的操作之前就要求进行 5% 和 2% 显著性离群值的检验。

表 D.1-R1-OD 显示出表 D.1 原始数据库经剔除后的结果，生成了修正本 1 数据库。 $h$  和  $k$  离群值在 5% 显著性水平下判为有效的表列值已被剔除。表 D.2-R1-OD~表 D.6-R1-OD 在被剔除的 5% 显著性水平离群值的位置显示出空白单元。在工作表分析中，这一系列表中的所有空白单元最初都有 ERR 标志。如附录 B 所述的，每个 ERR 值应被剔除以生成一个空白单元。表 D.6-R1-OD 给出最终精密度结果。比较离群值替代的选择方法 2 与和离群值剔除的选择方法 1 的结果，即表 D.6-R1-OR 与表 D.6-R1-OD 进行比较，说明选择方法 1 一般给出较小的  $r$  和  $R$  值。这两种选择方法更详细的讨论在后面表 D.9。

###### D.4.2.2 2%显著性水平离群值的剔除

下一步操作是剔除判为 2% 显著性水平离群值的单元值。注意，在表 D.6-R1-OD 的底部给出两个值：材料 4 的实验室 8 单元平均值和材料 1 的实验室 1 单元极差（或标准差）。材料 1/实验室 1 的情况要求分析者加以考虑。参看表 D.4R-R1-OD。如果实验室 1 的极差 1.10 被删，我们就剩下 6 个极差值，其中 3 个为零，远远小于 1.10。

虽然其中 3 个实验室相隔一周的 2 个门尼黏度试验值有可能完全一致，但应慎重地看待这一现象。大多数技术人员在进行一项特殊试验即实验室间试验方案时知道良好一致性是目标。存在着使结果看起来良好的诱惑，在这种情况下分析者的判断是假设实验室 1 的 1.10 值被剔除，合并标准差（合并极差）就不现实地小。因此，决定不剔除 1.10 是考虑了客观的分析结果。

在第一部分分析中，材料 1 的实验室 1 的 1.10 被剔除，但是用 0.80 值替代。这与对于一种材料从参加实验室表中剔除一个实验室不同。修正本 1 数据库只剔除实验室 8/材料 4 的值生成表 D.1-R2-OD。此表是修正本 2 数据库。

##### D.4.3 分析步骤 3

表 D.6-R2-OD 中给出第二部分/选择方法 1 的最终精密度结果。比较离群值替代选择方法 2 与离群值剔除选择方法 1 的结果，即表 D.6-R2-OR 与表 D.6-R2-OD 进行比较，表明选择方法 1 一般给出较小的  $r$  和  $R$  值。

保留实验室 1/材料 1 极差 1.10 的决定可能会考虑，同时使用选择方法 1 和选择方法 2 进行离群值处理。在第二部分/分析步骤 2 分析中，分析者可能用选择方法 2 的 AOT 替代值 0.80 替代该实验室的极差值，而不是让原始值 1.10 保留在修正本 2 数据库中。这是可选择的一种方法，只是分析者的判断要求。

##### D.4.4 精密度结果的讨论

###### D.4.4.1 选择方法 1 与选择方法 2 与 GB/T 6379.5 程序的比较

表 D.8 概述了这一门尼黏度实例的结果。给出下列离群值处理程序中每种材料的重复性和再现

性,以及合并的即总体材料值:

- a) 原始数据库;
- b) 使用 GB/T 6379.5 稳健分析程序(这里没有给出计算);
- c) AOT 离群值的替代(OR)选择方法 2;
- d) 离群值的剔除(OD)选择方法 1。

程序 b)、c)和 d)的分别构成一类“稳健”分析。稳健分析的目的是消除或减小离群值的影响。表 D.9 用降低指数给出每个程序的减小程度。降低指数 0.60 表示由稳健程序所获得的精密度参数是原始即未修正的数据库的值的 60%,即变化 40%。

#### D.4.4.2 GB/T 6379.5 与三步骤分析程序的比较

将 GB/T 6379.5 与本门尼黏度实例精密度确定 3 个分析步骤的两种选择方法(AOT 替代 OR 和离群值剔除 OD)进行比较,情况如下:

- a) 关于重复性,对于材料 1,GB/T 6379.5 程序优于另两种(选择方法 1 和选择方法 2)程序:降低指数为 0.60 对 0.68 和 0.71。对于材料 2(丁基橡胶)则没有差别,所有 3 种稳健程序基本相同。对于材料 4,尤其材料 3,两种选择方法明显优于 GB/T 6379.5 程序。与 GB/T 6379.5 程序相比,合并值显示选择方法 1 和 2 性能较好。
- b) 关于再现性,对于材料 1,4,同样尤其是材料 3,选择方法 1 和 2 两种方法明显优于 GB/T 6379.5 程序。重复性与再现性的合并值都显示选择方法 1 或选择方法 2 在降低离群值影响方面优于 GB/T 6379.5 程序。

#### D.4.4.3 选择方法 1(剔除)与选择方法 2(替代)的比较

比较 3 个分析步骤的两种选择方法,情况如下:

- a) 关于重复性,对于材料 1 和 2,这两种选择方法基本相同。但是,对于材料 4,尤其是材料 3,选择方法 1 离群值剔除程序降低程度较大,即重复性明显较好。对于选择方法 1(剔除)的合并值给出 13%的总体优势。
- b) 关于再现性,对于材料 1 和材料 4,两个选择方法基本相同。但是,对于材料 2 选择方法 1(剔除)给出较好的结果,而对于材料 3 则给出更好的结果。对于选择方法 1(剔除)合并值给出 6%的总体优势。

#### D.4.4.4 4 种材料精密度的比较

表 D.8 给出选择方法 1(剔除)程序的 4 种材料之间相对精密度。这些结果已经写入第 12 章所述的表 6 精密度概述格式中。附录 D 实例的这种格式的精密度在表 D.10 中给出,该表给出所有精密度参数和剔除所有离群值后实验室间试验方案数据库中最终实验室数量。

材料 1,2 和 3 的重复性, $r$ ,大约分别等于 0.96、0.76 和 1.03。作为一组的这 3 个  $r$  值与原始数据库所得的值明显不同:材料 1,2 和 3 分别为 1.29、0.74 和 2.54。离群值剔除操作降低了  $r$  参数,并且显示出 3 个值相当接近。就某种意义上说,这并不奇怪,因为材料 1,2 和 3 都未加颜料即纯橡胶:分别为 SBR、丁基橡胶(一种 NIST 的参考橡胶)和天然橡胶。可以预计,这三种橡胶在一个实验室范围内对本试验的响应是非常相似的。

材料 4 是 SBR 炭黑母炼胶即含有 65 phrN339 炭黑的 SBR-BMB。注意,就总体而言,与其他 3 种橡胶相比,材料 4 的重复性要差得多(较高的  $r$ ),相差 2.7 倍。这个精密度较差的原因将在下面讨论。

材料 1 和 3 的选择方法 1(剔除)的再现性, $R$ ,相当接近(2.71 和 2.50),而材料 2 的  $R$  最低,为 1.49。同样,材料 4 则非常高( $R=10.84$ ),与其他 3 种橡胶相比,就总体而言,大约相差 5 倍。这大约是重复性精密度 2.7 的两倍。对于材料 1~4,与原始数据库  $R$  值 3.37、1.92、8.84 和 15.15 相比,选择方法 1 的再现性要好得多(较低的  $R$ )。应注意材料 1,2 和 3 之间的原始数据库  $R$  值与上述几乎相同的材料 1,2 和 3 的差别。

材料 1 和 3(SBR 和 NR)几乎相等的再现值, $R$ ,同样是一个合理预期的结果:这两种未加颜料的橡

胶就实验室之间而言有相似的试验响应。材料 2(丁基参考橡胶)具有高的均匀性(包与包之间良好的均匀性)。它可用作检测门尼黏度操作的参考橡胶。这种均匀性无疑是其良好再现性的部分原因。此外,这种橡胶未经开炼机混炼操作。

#### D.4.4.5 SBR-BMB 精密度

本实验室间试验方案,材料 4,SBR-BMB,较差的表现是进一步研究的课题。后面的实验室工作证明,问题可能归因于进行门尼黏度试验之前的开炼机混炼。在开炼机混炼操作中,开炼机温度、开炼机辊距(间隙)和混炼时间控制不好,而所有这些条件在橡胶混炼程度方面起着非常重要的作用。开炼机混炼操作之前这方面的变化是较差精密度的原因;可变的混炼导致可变的黏度。

SBR-BMB 的混炼是(1)橡胶/炭黑分子间键合和(2)普通的链的断裂综合。单纯的开炼机混炼橡胶,SBR1712 和 NR,也会断裂一些链,但 SBR-BMB 更大幅度的断裂机理的存在使其更易受开炼机混炼条件变化的影响并且生成较差的精密度。后来对 ISO 289 进行的修订,以取消 BMB 橡胶的开炼机混炼操作。

由于 SBR-BMB 较差的精密度(高的  $r$  和  $R$ ),这种材料没有被纳入表 D.10 中合并值的计算。只有当任一实验室间试验方案中所有材料的精密度值相当接近时才建议对值进行合并。

#### D.4.4.6 最后的观测——门尼实例

离群值剔除 3 个分析步骤使用了  $h$  和  $k$  一致性统计,在修正数据库中的 5%显著性水平的分析步骤 1 和 2%显著性水平的分析步骤 2,与原始数据库相比,给出了较好的重复性与再现性。选择方法 1 为所有 3 种未加颜料的橡胶生成了相当接近的  $r$  参数和相当接近的  $R$  参数。选择方法 1 或选择方法 2 都能获得良好的分析结果,但选择方法 1 涉及较少的计算并且能生成更好的精密度,即较低的  $r$  和  $R$  总值。当实验室间试验方案中有 9 个或更多实验室参加时,选择方法 1 是最好的选择。

选择方法 1 3 个分析步骤实质上将门尼黏度试验控制良好的“核心组”实验室分离出来。表 D.1-R2-OD 显示出实验室 4 和 8 每个都有 3 个离群值被剔除。这两个实验室对试验控制较差,需要改进。实验室 1 也需要一些纠正:它有两个离群值,其中一个未在上述选择方法 1 中被剔除。实验室 8 有一个离群值,它可能需要对其试验程序给予一些注意。5 个实验室(2,3,5,6 和 7)的“核心组”对其试验区域有良好的控制。对于材料 1,2 和 3,相对重复性( $r$ )分别为 1.8%,1.1%和 1.0%,相对再现性( $R$ )分别为 5.4%,2.2%和 2.5%。这“核心组”所获得的精密度应是橡胶制造工业中门尼黏度试验的基准。

表 D.1 门尼黏度——实验室间试验方案的原始基本数据

实验室编号	材料 1		材料 2		材料 3		材料 4	
	第一天	第二天	第一天	第二天	第一天	第二天	第一天	第二天
1	50.8	51.9	72.0	72.3	98.0	97.5	74.3	76.2
2	53.0	53.0	70.0	70.5	95.5	96.0	71.0	72.0
3	52.4	51.9	70.1	70.6	96.7	97.6	74.6	75.6
4	53.0	51.5	70.0	70.0	96.0	93.0	81.0	77.5
5	52.3	52.1	70.5	70.5	98.2	98.4	78.0	79.1
6	54.4	54.3	71.5	71.0	97.0	97.1	82.4	84.3
7	52.8	52.8	71.5	71.4	96.9	97.4	73.8	74.4
8	53.0	53.0	71.0	70.5	102.0	101.0	78.0	78.0
9	50.1	50.3	71.0	70.6	91.0	89.2	65.6	63.6
日平均值	52.42	52.31	70.84	70.82	96.81	96.36	75.41	75.63
两天平均值		52.37		70.83		96.58		75.52
实验室间标准差	1.28	1.13	0.74	0.67	2.88	3.41	5.17	5.66
合并的实验室间标准差		1.21		0.71		3.16		5.42

表 D.2 单元平均值和单元平均值平方—原始数据

单元平均值					单元平均值平方				
实验室编号	材料 1	材料 2	材料 3	材料 4	实验室编号	材料 1	材料 2	材料 3	材料 4
1	51.85	72.15	97.75	75.25	1	2 636.82	5 205.62	9 555.06	5 662.56
2	53.00	70.25	95.75	71.50	2	2 809.00	4 935.06	9 168.06	5 112.25
3	52.15	70.35	97.15	75.10	3	2 719.62	4 949.12	9 438.12	5 640.01
4	52.25	70.00	94.50	79.25	4	2 730.06	4 900.00	8 930.25	6 280.56
5	52.20	70.50	98.30	78.55	5	2 724.84	4 970.25	9 662.89	6 170.10
6	54.35	71.25	97.05	83.35	6	2 953.92	5 076.56	9 418.70	6 947.22
7	52.80	71.45	97.15	74.10	7	2 787.84	5 105.10	9 438.12	5 490.81
8	53.00	70.75	101.50	78.00	8	2 809.00	5 005.56	10 302.25	6 084.00
9	50.20	70.80	90.10	64.60	9	2 520.04	5 012.64	8 118.01	4 173.16
$T_1$	471.300	637.500	869.250	679.700	$T_2$	24 691.150	45 159.925	84 031.473	51 560.680
单元平均值	52.37	70.83	96.58	75.52					
平均值方差	1.342 5	0.459 4	9.551 3	28.5282					
平均值标准差	1.159	0.678	3.091	5.341					

注：单元平均值方差= $s^2(Y_{AV})$ 。

表 D.3 单元平均值“偏差”, $d$ 和 $h$ 值—原始数据

单元偏差, $d$					单元 $h$ 值				
实验室编号	材料 1	材料 2	材料 3	材料 4	实验室编号	材料 1	材料 2	材料 3	材料 4
1	-1.02	1.32	1.17	-0.27	1	-0.88	1.94	0.38	-0.05
2	0.63	-0.58	-0.83	-4.02	2	0.55	-0.86	-0.27	-0.75
3	-0.22	-0.48	0.57	-0.42	3	-0.19	-0.71	0.18	-0.08
4	-0.12	-0.83	-2.08	3.37	4	-0.10	-1.23	-0.67	0.70
5	-0.17	-0.33	1.72	3.03	5	-0.14	-0.49	0.56	0.57
6	1.98	0.42	0.47	7.83	6	1.71	0.61	0.15	1.47
7	0.43	0.62	0.57	-1.42	7	0.37	0.91	0.18	-0.27
8	0.63	-0.08	4.92	2.48	8	0.55	-0.12	1.59	0.46
9	-2.17	-0.03	-6.48	-10.92	9	-1.87	-0.05	-2.10	-2.04
所有实验室					指定 $p$ 的5%显著性水平 $h$ (临界)				
单元平均值 52.37 70.83 96.58 75.52					$p$ 9 9 9 9				
单元平均值的标准差 1.159 0.678 3.091 5.341					$h$ (临界) 1.78 1.78 1.78 1.78				
粗斜体为有效值					$>h$ (临界)的实验室编号 9 1 9 9				

$h=d/s(Y_{AV})$ , 式中 $d$ =单元 $i$ 平均值-(所有单元平均值); $s(Y_{AV})$ =单元平均值标准差。

表 D. 4R 单元极差和极差平方—原始数据

单元极差					单元极差平方				
实验室 编号	材料 1	材料 2	材料 3	材料 4	实验室 编号	材料 1	材料 2	材料 3	材料 4
1	1.100	0.300	0.500	1.900	1	1.210	0.090	0.250	3.610
2	0.000	0.500	0.500	1.000	2	0.000	0.250	0.250	1.000
3	0.500	0.500	0.900	1.000	3	0.250	0.250	0.810	1.000
4	1.500	0.000	3.000	3.500	4	2.250	0.000	9.000	12.250
5	0.200	0.000	0.200	1.100	5	0.040	0.000	0.040	1.210
6	0.100	0.500	0.100	1.900	6	0.010	0.250	0.010	3.610
7	0.000	0.100	0.500	0.600	7	0.000	0.010	0.250	0.360
8	0.000	0.500	1.000	0.000	8	0.000	0.250	1.000	0.000
9	0.200	0.400	1.800	2.000	9	0.040	0.160	3.240	4.000
极差平 均值	0.400	0.311	0.944	1.444	$T_3$ (“单元 极差平方” 的总和)	3.800 0	1.260 0	14.850 0	27.040 0

任一实验室间试验方案单元极差的计算公式,在单元  $c_{xx}$  和  $d_{xx}$  有双份数:

$$@IF[(c_{xx}-d_{xx})<0,(c_{xx}-d_{xx})^2-1,(c_{xx}-d_{xx})]$$

表 D. 4S 单元标准差和方差

单元标准差					单元方差				
实验室 编号	材料 1	材料 2	材料 3	材料 4	实验室 编号	材料 1	材料 2	材料 3	材料 4
1	0.778	0.212	0.354	1.344	1	0.605 0	0.045 0	0.125 0	1.805 0
2	0.000	0.354	0.354	0.707	2	0.000 0	0.125 0	0.125 0	0.500 0
3	0.354	0.354	0.636	0.707	3	0.125 0	0.125 0	0.405 0	0.500 0
4	1.061	0.000	2.121	2.475	4	1.125 0	0.000 0	4.500 0	6.125 0
5	0.141	0.000	0.141	0.778	5	0.020 0	0.000 0	0.020 0	0.605 0
6	0.071	0.354	0.071	1.344	6	0.005 0	0.125 0	0.005 0	1.805 0
7	0.000	0.071	0.354	0.424	7	0.000 0	0.005 0	0.125 0	0.180 0
8	0.000	0.354	0.707	0.000	8	0.000 0	0.125 0	0.500 0	0.000 0
9	0.141	0.283	1.273	1.414	9	0.020 0	0.080 0	1.620 0	2.000 0
合并标 准差	0.459	0.265	0.908	1.226	$T_4$	1.900 00	0.630 00	7.425 00	13.520 00
					合并方差	0.211 1	0.070 0	0.825 0	1.502 2

表 D.5 单元  $k$  值—原始数据

实验室编号	材料 1	材料 2	材料 3	材料 4
1	1.69	0.80	0.39	1.10
2	0.00	1.34	0.39	0.58
3	0.77	1.34	0.70	0.58
4	<b>2.31</b>	0.00	<b>2.34</b>	<b>2.02</b>
5	0.31	0.00	0.16	0.63
6	0.15	1.34	0.08	1.10
7	0.00	0.27	0.39	0.35
8	0.00	1.34	0.78	0.00
9	0.31	1.07	1.40	1.15
合并标准差	0.459	0.265	0.908	1.226
$n=2$ , 指定 $p$ 的 5% 显著性水平 $k$ (临界)				
$p$	9	9	9	9
$k$ (临界)	1.90	1.90	1.90	1.90
$>k$ (临界)的实验室编号	4	无	4	4
粗斜体为有效值 $k=s(i)/s_c$ , 式中: $s(i)$ ——各个单元标准差; $s_c$ ——合并所有实验室标准差。				

表 D.6 门尼黏度:精密度的计算——原始数据

ITP	$n$	2	2	2	2
	$p$	9	9	9	9
材料		材料 1	材料 2	材料 3	材料 4
$T_1$		471.300	637.500	869.250	679.700
$T_2$		24 691.150	45 159.925	84 031.473	51 561.680
$T_3$		1.900 00	0.630 00	7.425 00	13.520 00
计算 1	$(s_c)^2 = T_3/p$	0.211 1	0.070 0	0.825 0	1.502 2
$(s_L)^2 = \{[pT_2 - (T_1)^2]/p(p-1)\} - [(s_c)^2/2]$					
计算 2	$(s_L)^2$	1.236 9	0.424 4	9.138 8	27.777 1
$(s_R)^2 = (s_L)^2 + (s_c)^2$					
计算 3	$(s_R)^2$	1.448 1	0.494 4	9.963 8	29.279 3
$r(\text{重复性}) = 2.8[(s_c)^2]^{0.5}$					
计算 4	$r$	1.287	0.741	2.543	3.432
$R(\text{再现性}) = 2.8[(s_R)^2]^{0.5}$					
计算 5	$R$	3.37	1.97	8.84	15.15
		材料 1	材料 2	材料 3	材料 4
材料平均值		52.37	70.83	96.58	75.52
标准差, $s_c =$		0.459	0.265	0.908	1.226
标准差, $s_R =$		1.203	0.703	3.157	5.411
相对( $r$ )		2.46	1.05	2.63	4.54
相对( $R$ )		6.43	2.78	9.15	20.06

步骤 1: 材料 1~4 的 5% 显著性水平离群值		材料 1	材料 2	材料 3	材料 4
$h$	实验室编号	9	1	9	9
$k$	实验室编号	4	无	4	4

表 D.7 离群值的替代值

部分 A-AOT 参数替代值(PR)				
1. 单元平均值离群值的 AOT PR				
实验室编号	材料 1	材料 2	材料 3	材料 4
1		71.1(0.30)		
8			99.2(1.00)	
9	51.4(0.20)		94.5(1.80)	71.0(2.00)
注: 单元平均值替代值(单元平均值)在括号内列有各个单元极差。				
2. 单元极差离群值的 AOT PR				
实验室编号	材料 1	材料 2	材料 3	材料 4
1	0.80(51.35)			
4	0.85(52.25)		1.20(94.50)	2.20(79.25)
注: 单元 PR(单元极差)在()内附列有各个单元平均值;				
部分 B-AOT(单元)数据替代值(DR)				
3. 单元平均值离群值的 AOT DR				
实验室编号	材料 1	材料 2	材料 3	材料 4
1		71.6,72.0		
8			98.7,99.7	
9	51.3,51.5		93.6,95.4	70.0,72.0
4. 单元极差离群值的 AOT DR				
实验室编号	材料 1	材料 2	材料 3	材料 4
1	51.8,51.0			
4	51.8,52.7		93.9,95.1	74.2,76.4
注: 粗斜体为 2% 显著性水平有效值。				

表 D.8 离群值处理程序的比较

第一分离群值程序	重复性 <i>r</i>				合并精密度 <i>r</i>
	材料 1	材料 2	材料 3	材料 4	
原始数据库(无离群值被剔除)	1.29	0.74	2.54	3.43	2.26
另一种 GB/T 6379.5 稳健分析	0.78	0.74 <sup>a</sup>	2.18	3.22	2.02
AOT 离群值替代, 选择方法 2 <sup>b</sup>	0.88	0.76	1.55	2.92	1.75
离群值剔除, 选择方法 1 <sup>b</sup>	0.92	0.76	1.03	2.46	1.46
第二分离群值程序	再现性 <i>R</i>				合并精密度 <i>R</i>
	材料 1	材料 2	材料 3	材料 4	
原始数据库(无离群值被剔除)	3.37	1.97	8.84	15.15	8.98
另一种 GB/T 6379.5 稳健分析	3.09	1.97 <sup>a</sup>	6.67	14.62	8.26
AOT 离群值替代, 选择方法 2 <sup>b</sup>	2.46	1.76	4.66	11.27	6.30
离群值剔除, 选择方法 1 <sup>b</sup>	2.71	1.49	2.50	10.84	5.77
根据方差或标准差平方计算的 4 种材料间合并(或平均)精密度。					
注: 带有离群值的材料(和实验室), 参看表 D.7。					
<sup>a</sup> 材料 2 没有进行分析。					
<sup>b</sup> 最终精密度结果。					

表 D.9 相对降低指数—精密度参数,  $r$  和  $R$ 

第一分离群值程序	重复性, $r$ 降低指数				合并精密度, $r$ 降低指数
	材料 1	材料 2	材料 3	材料 4	
原始数据库(无离群值被剔除)	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
另一种 GB/T 6379.5 稳健分析	0.60	<sup>a</sup>	0.86	0.94	0.89
AOT 离群值替代, 选择方法 2 <sup>b</sup>	0.68	1.03	0.61	0.85	0.78
离群值剔除, 选择方法 1 <sup>b</sup>	0.71	1.03	0.41	0.72	0.65
第二分离群值程序	再现性, $R$ 降低因子				合并精密度, $R$ 降低指数
	材料 1	材料 2	材料 3	材料 4	
原始数据库(无离群值被剔除)	1.0	1.0	1.0	1.0	1.0
另一种 GB/T 6379.5 稳健分析	0.92	<sup>a</sup>	0.76	0.97	0.92
AOT 离群值替代, 选择方法 2 <sup>b</sup>	0.78	0.89	0.53	0.74	0.70
离群值剔除, 选择方法 1 <sup>b</sup>	0.80	0.76	0.28	0.72	0.64
降低指数 = (修正的精密度参数/原始精密度参数) 根据表 D.8 中合并精密度计算的合并精密度降低指数。					
注: 带有离群值的材料(和实验室)参看表 D.7。					
<sup>a</sup> 材料 2 没有进行分析。					
<sup>b</sup> 最终精密度结果。					

表 D.10 —水平和 1 型——门尼黏度精密度  
(试验性能 = ML 黏度 @ 100 °C, 门尼单位)

材料	平均值	实验室内			实验室间			实验室 数量 <sup>a</sup>
		$s_r$	$r$	( $r$ )	$s_R$	$R$	( $R$ )	
1. SBR1712	50.7	0.328	0.920	1.81	0.967	2.71	5.35	7
2. II R(丁基橡胶)	68.7	0.270	0.757	1.10	0.532	1.49	2.17	8
3. NR	99.2	0.366	1.03	1.04	0.892	2.50	2.52	6
4. SBR-BRB	74.6	0.878	2.46	3.30	3.87	10.84	14.5	7
合并值 <sup>b</sup>		0.321	0.90	1.31	0.80	2.23	3.34	
<p>所用符号:</p> <p><math>s_r</math>——实验室内标准差(测量单位);</p> <p><math>r</math>——重复性(测量单位);</p> <p>(<math>r</math>)——重复性(平均水平的百分比);</p> <p><math>s_R</math>——实验室间标准差(总实验室间偏差, 测量单位);</p> <p><math>R</math>——再现性(测量单位);</p> <p>(<math>R</math>)——再现性(平均水平的百分比)。</p> <p>参看本表给出的精密度结果讨论的精密度条款内容。</p>								
<sup>a</sup> 选择方法 1 离群值剔除后修正的数据库中实验室数量。								
<sup>b</sup> 合并值的简单平均值, 忽略 4(SBR-BMB)。								

表 D. 1-R1-OR 门尼黏度—5%显著性离群值 AOT 替代值(斜体字)

实验室编号	材料 1		材料 2		材料 3		材料 4	
	第一天	第二天	第一天	第二天	第一天	第二天	第一天	第二天
1	50.8	51.9	<i>71.6</i>	<i>72.0</i>	98.0	97.5	70.3	72.2
2	53.0	53.0	70.0	70.5	95.5	96.0	67.0	68.0
3	52.4	51.9	70.1	70.6	96.7	97.6	70.6	71.6
4	<i>51.8</i>	<i>52.7</i>	70.0	70.0	<i>93.9</i>	<i>95.1</i>	<i>74.2</i>	<i>76.4</i>
5	52.3	52.1	70.5	70.5	98.2	98.4	74.0	75.1
6	54.4	54.3	71.5	71.0	97.0	97.1	78.4	80.3
7	52.8	52.8	71.5	71.4	96.9	97.4	69.8	70.4
8	53.0	53.0	71.0	70.5	102.0	101.0	74.0	74.0
9	<i>51.3</i>	<i>51.5</i>	71.0	70.6	<i>93.9</i>	<i>95.1</i>	<i>66.0</i>	<i>68.0</i>
日平均值	52.42	52.58	70.80	70.79	96.90	97.24	71.59	72.89
两天平均值		52.50		70.79		97.07		72.24
实验室间标准差	1.06	0.84	0.67	0.59	2.47	1.82	3.92	4.02
合并实验室间标准差		0.96		0.63		2.17		3.97

粗斜体为 5% 显著性有效替代值。

表 D. 2-R1-OR 单元平均值和单元平均值平方:5%离群值的 AOT 替代值

单元平均值					单元平均值平方				
实验室编号	材料 1	材料 2	材料 3	材料 4	实验室编号	材料 1	材料 2	材料 3	材料 4
1	51.35	71.80	97.75	71.25	1	2 636.82	5 155.24	9 555.06	5 076.56
2	53.00	70.25	95.75	67.50	2	2 809.00	4 935.06	9 168.06	4 556.25
3	52.15	70.35	97.15	71.10	3	2 719.62	4 949.12	9 438.12	5 055.21
4	52.25	70.00	94.50	75.30	4	2 730.06	4 900.00	8 930.25	5 670.09
5	52.20	70.50	98.30	74.55	5	2 724.84	4 970.25	9 662.89	5 557.70
6	54.35	71.25	97.05	79.35	6	2 953.92	5 076.56	9 418.70	6 296.42
7	52.80	71.45	97.15	70.10	7	2 787.84	5 105.10	9 438.12	4 914.01
8	53.00	70.75	101.50	74.00	8	2 809.00	5 005.56	10 302.25	5 476.00
9	51.40	70.80	94.50	67.00	9	2 641.96	5 012.64	8 930.25	4 489.00
$T_1$	472.500	637.150	873.650	650.150	$T_2$	24 813.070	45 109.543	84 843.713	47 091.248
单元平均值	52.50	70.79	97.07	72.24					
平均值方差	0.852 5	0.357 8	4.570 7	15.641 7					
平均值标准差	0.923	0.598	2.138	3.955					

注: 单元平均值方差 =  $s^2(Y_{AV})$ 。

表 D.3-R1-OR 单元平均值偏差  $d$  和  $h$  值:5%离群值 AOT 替代值

变量单元, $d$					单元 $h$ 值 $\psi$				
实验室编号	材料 1	材料 2	材料 3	材料 4	实验室编号	材料 1	材料 2	材料 3	材料 4
1	-1.15	1.01	0.68	-0.99	1	-1.25	1.68	0.32	-0.25
2	0.50	-0.54	-1.32	-4.74	2	0.54	-0.91	-0.62	-1.20
3	-0.35	-0.44	0.08	-1.14	3	-0.38	-0.74	0.04	-0.29
4	-0.25	-0.79	-2.57	3.06	4	-0.27	-1.33	-1.20	0.77
5	-0.30	-0.29	1.23	2.31	5	-0.32	-0.49	0.57	0.58
6	1.85	0.46	-0.02	7.11	6	2.00	0.76	-0.01	1.80
7	0.30	0.66	0.08	-2.14	7	0.32	1.10	0.04	-0.54
8	0.50	-0.04	4.43	1.76	8	0.54	-0.07	2.07	0.45
9	-1.10	0.01	-2.57	-5.24	9	-1.19	0.01	-1.20	-1.32
所有实验室					指定 $p$ 的 2% 显著性水平 $h$ (临界):				
单元平均值	52.50	70.79	97.07	72.24	$p$	9	9	9	9
单元平均值的标准差	0.923	0.598	2.138	3.955	$h$ (临界)	2.00	2.00	2.00	2.00
					$>h$ (临界)的实验室编号	无	无	8	无

$h = d/s(Y_{AV})$  式中:  $d$  = 单元  $i$  平均值 - (所有单元平均值);  $s(Y_{AV})$  = 单元平均值标准差。

粗斜体为有效值。

表 D.4R-R1-OR 单元极差和单元极差平方:5%离群值 AOT 替代值

单元极差					单元极差平方				
实验室编号	材料 1	材料 2	材料 3	材料 4	实验室编号	材料 1	材料 2	材料 3	材料 4
1	1.100	0.400	0.500	1.900	1	1.210	0.160	0.250	3.610
2	0.000	0.500	0.500	1.000	2	0.000	0.250	0.250	1.000
3	0.500	0.500	0.900	1.000	3	0.250	0.250	0.810	1.000
4	0.900	0.000	1.200	2.200	4	0.810	0.000	1.440	4.840
5	0.200	0.000	0.200	1.100	5	0.040	0.000	0.040	1.210
6	0.100	0.500	0.100	1.900	6	0.010	0.250	0.010	3.610
7	0.000	0.100	0.500	0.600	7	0.000	0.010	0.250	0.360
8	0.000	0.500	1.000	0.000	8	0.000	0.250	1.000	0.000
9	0.200	0.400	1.200	2.000	9	0.040	0.160	1.440	4.000
极差平均值	0.333	0.322	0.678	1.300	$T_0$ ("单元极差平方"的总和)	2.360 0	1.330 0	5.490 0	19.630 0

表 D. 4S-R1-OR 单元标准差和方差:5%离群值 AOT 替代值

单元标准差					单元方差				
实验室编号	材料 1	材料 2	材料 3	材料 4	实验室编号	材料 1	材料 2	材料 3	材料 4
1	0.778	0.283	0.354	1.344	1	0.605 0	0.080 0	0.125 0	1.805 0
2	0.000	0.354	0.354	0.707	2	0.000 0	0.125 0	0.125 0	0.500 0
3	0.354	0.354	0.636	0.707	3	0.125 0	0.125 0	0.405 0	0.500 0
4	0.636	0.000	0.849	1.556	4	0.405 0	0.000 0	0.720 0	2.420 0
5	0.141	0.000	0.141	0.778	5	0.020 0	0.000 0	0.020 0	0.605 0
6	0.071	0.354	0.071	1.344	6	0.005 0	0.125 0	0.005 0	1.805 0
7	0.000	0.071	0.354	0.424	7	0.000 0	0.005 0	0.125 0	0.180 0
8	0.000	0.354	0.707	0.000	8	0.000 0	0.125 0	0.500 0	0.000 0
9	0.141	0.283	0.849	1.414	9	0.020 0	0.080 0	0.720 0	2.000 0
合并标准差	0.362	0.272	0.552	1.044	$T_c$	1.180 00	0.665 00	2.745 00	9.815 00
					合并方差	0.131 1	0.073 9	0.305 0	1.090 6

表 D. 5-R1-OR  $k$  值:5%离群值 AOT 替代值

实验室编号	材料 1	材料 2	材料 3	材料 4
1	2.15	1.04	0.64	1.29
2	0.00	1.30	0.64	0.68
3	0.98	1.30	1.15	0.68
4	1.76	0.00	1.54	1.49
5	0.39	0.00	0.26	0.74
6	0.20	1.30	0.13	1.29
7	0.00	0.26	0.64	0.41
8	0.00	1.30	1.28	0.00
9	0.39	1.04	1.54	1.35
合并标准差	0.362	0.272	0.552	1.044
$n=2$ , 指定 $p$ 的 2% 显著性水平的 $k$ (临界)				
$p$	9	9	9	9
$k$ (临界)	2.09	2.09	2.09	2.09
$>k$ (标准)的实验室编号	1	无	无	无
粗斜体为有效值。 $k = s(i)/s_c$ , 式中: $s(i)$ —— 各个单元标准差, $s_c$ —— 合并所有实验室标准差。				

表 D.6-R1-OR 门尼黏度——精密度计算,5%离群值 AOT 替代值

ITP	$n$	2	2	2	2
	$p$	9	9	9	9
		材料 1	材料 2	材料 3	材料 4
$T_1$		472.500	637.150	873.650	650.150
$T_2$		24 813.070	45 109.543	84 843.713	47 091.248
$T_4$		1.180 00	0.665 00	2.745 00	9.815 00
计算 1	$(s_r)^2 = T_4/p =$	0.131 1	0.073 9	0.305 0	1.090 6
$(s_L)^2 = \{[pT_2 - (T_1)^2]/p(p-1)\} - [(s_r)^2/2]$					
计算 2	$(s_L)^2$	0.786 9	0.320 8	4.418 2	15.096 5
$(s_R)^2 = (s_L)^2 + (s_r)^2$					
计算 3	$(s_R)^2$	0.918 1	0.394 7	4.723 2	16.187 0
$r(\text{重复性}) = 2.8[(s_r)^2]^{0.5}$					
计算 4	$r$	0.014	0.761	1.546	2.924
$R(\text{再现性}) = 2.8[(s_R)^2]^{0.5}$					
计算 5	$R$	2.68	1.76	6.09	11.27
材料平均值		52.50	70.79	97.06	72.24
标准差, $s_r$		0.362	0.272	0.552	1.044
标准差, $s_R$		0.958	0.628	2.173	4.023
相对( $r$ )		材料 1	材料 2	材料 3	材料 4
		1.93	1.08	1.59	4.05
相对( $R$ )		5.11	2.48	6.27	15.59
步骤 1: 材料 1~4 的 5% 显著性水平离群值					
		材料 1	材料 2	材料 3	材料 4
$h$	实验室编号	9	1	9	9
$k$	实验室编号	4	无	4	4
步骤 2: 材料 1~4 的 2% 显著性水平离群值					
		材料 1	材料 2	材料 3	材料 4
$h$	实验室编号	无	无	8	无
$k$	实验室编号	1	无	无	无

表 D. 1-R2-OR 门尼黏度—2%离群值 AOT 替代值(斜体字)

实验室编号	材料 1		材料 2		材料 3		材料 4	
	第一天	第二天	第一天	第二天	第一天	第二天	第一天	第二天
1	<i>51.0</i>	<i>51.8</i>	<i>71.6</i>	<i>72.0</i>	98.0	97.5	74.3	76.2
2	53.0	53.0	70.0	70.5	95.5	96.0	71.0	72.0
3	52.4	51.9	70.1	70.6	96.7	97.6	74.6	75.6
4	<i>51.8</i>	<i>52.7</i>	70.0	70.0	<i>93.9</i>	<i>95.1</i>	<i>78.2</i>	<i>80.4</i>
5	52.3	52.1	70.5	70.5	98.2	98.4	78.0	79.1
6	54.4	54.3	71.5	71.0	97.0	97.1	82.4	84.3
7	52.8	52.8	71.5	71.4	96.9	97.4	73.8	74.4
8	53.0	53.0	71.0	70.5	<i>98.7</i>	<i>99.7</i>	78.0	78.0
9	<i>51.3</i>	<i>51.5</i>	71.0	70.6	<i>93.9</i>	<i>95.1</i>	<i>70.0</i>	<i>72.0</i>
日平均值	52.44	52.57	70.80	70.79	96.53	97.10	75.59	76.89
两天平均值		52.51		70.79		96.82		76.24
实验室间标准差	1.02	0.85	0.67	0.59	1.77	1.51	3.92	4.02
合并实验室间标准差		0.94		0.63		1.64		3.97

粗斜体为 2%有效替代值。

表 D. 2-R2-OR 单元平均值和单元平均值平方;2%离群值的 AOT 替代值

单元平均值					单元平均值平方				
实验室编号	材料 1	材料 2	材料 3	材料 4	实验室编号	材料 1	材料 2	材料 3	材料 4
1	51.40	71.80	97.75	75.25	1	2 641.96	5 155.24	9 555.06	5 662.56
2	53.00	70.25	95.75	71.50	2	2 809.00	4 935.06	9 168.06	5 112.25
3	52.15	70.35	97.15	75.10	3	2 719.62	4 949.12	9 438.12	5 640.01
4	52.25	70.00	94.50	79.30	4	2 730.06	4 900.00	8 930.25	6 288.49
5	52.20	70.50	98.30	78.55	5	2 724.84	4 970.25	9 662.89	6 170.10
6	54.35	71.25	97.05	83.35	6	2 953.92	5 076.56	9 418.70	6 947.22
7	52.80	71.45	97.15	74.10	7	2 787.84	5 105.10	9 438.12	5 490.81
8	53.00	70.75	99.20	78.00	8	2 809.00	5 005.56	9 840.64	6 084.00
9	51.40	70.80	94.50	71.00	9	2 641.96	5 012.64	8 930.25	5 041.00
$T_1$	472.550	637.150	871.350	686.150	$T_2$	24 818.208	45 109.543	84 382.103	52 436.448
单元平均值	52.51	70.79	96.82	76.24					
平均值方差	0.838 4	0.357 8	2.612 5	15.641 7					
平均值标准差	0.916	0.598	1.616	3.955					

注:单元平均值方差= $s^2(Y_{AV})$ 。

表 D. 3-R2-OR 单元平均值偏差  $d$  和  $h$  值;2%离群值 AOT 替代值

单元偏差, $d$					单元 $h$ 值				
实验室 编号	材料 1	材料 2	材料 3	材料 4	实验室 编号	材料 1	材料 2	材料 3	材料 4
1	-1.11	1.01	0.93	-0.99	1	-1.21	1.68	0.58	-0.25
2	0.49	-0.54	-1.07	-4.74	2	0.54	-0.91	-0.66	-1.20
3	-0.36	-0.44	0.33	-1.14	3	-0.39	-0.74	0.21	-0.29
4	-0.26	-0.79	-2.32	3.06	4	-0.28	-1.33	-1.43	0.77
5	-0.31	-0.29	1.48	2.31	5	-0.33	-0.49	0.92	0.58
6	1.84	0.46	0.23	7.11	6	2.01	0.76	0.14	1.80
7	0.29	0.66	0.33	-2.14	7	0.32	1.10	0.21	-0.54
8	0.49	-0.04	2.38	1.76	8	0.54	-0.07	1.47	0.45
9	-1.11	0.01	-2.32	-5.24	9	-1.21	0.01	-1.43	-1.32
所有实验室 单元平均值 52.51 70.79 96.82 76.24 单元平均值的 标准差 0.916 0.598 1.616 3.955					指定 $p$ 的 2%显著性水平 $h$ (临界):				
					$p$	9	9	9	9
					$h$ (临界)	2.00	2.00	2.00	2.00
					> $h$ (标准的) 实验室编号	NA	NA	NA	NA

$h = d/s(Y_{AV})$ , 式中:  $d$  = 单元  $i$  平均值 - (所有单元平均值);  $s(Y_{AV})$  —— 单元平均值标准差。

表 D. 4R-R2-OR 单元极差和单元极差平方;2%离群值 AOT 替代值

极差单元					极差单元平方				
实验室 编号	材料 1	材料 2	材料 3	材料 4	实验室 编号	材料 1	材料 2	材料 3	材料 4
1	0.800	0.400	0.500	1.900	1	0.640	0.160	0.250	3.610
2	0.000	0.500	0.500	1.000	2	0.000	0.250	0.250	1.000
3	0.500	0.500	0.900	1.000	3	0.250	0.250	0.810	1.000
4	0.900	0.000	1.200	2.200	4	0.810	0.000	1.440	4.840
5	0.200	0.000	0.200	1.100	5	0.040	0.000	0.040	1.210
6	0.100	0.500	0.100	1.900	6	0.010	0.250	0.010	3.610
7	0.000	0.100	0.500	0.600	7	0.000	0.010	0.250	0.360
8	0.000	0.500	1.000	0.000	8	0.000	0.250	1.000	0.000
9	0.200	0.400	1.200	2.000	9	0.040	0.160	1.440	4.000
极差平 均值	0.300	0.322	0.678	1.300	$T_3$ (“单元 极差平方” 的总和)	1.790 0	1.330 0	5.490 0	19.630 0

表 D. 4S-R2-OR 单元标准差和方差:2%离群值 AOT 替代值

单元标准差					单元方差				
实验室编号	材料 1	材料 2	材料 3	材料 4	实验室编号	材料 1	材料 2	材料 3	材料 4
1	0.566	0.283	0.354	1.344	1	0.320 0	0.080 0	0.125 0	1.805 0
2	0.000	0.354	0.354	0.707	2	0.000 0	0.125 0	0.125 0	0.500 0
3	0.354	0.354	0.636	0.707	3	0.125 0	0.125 0	0.405 0	0.500 0
4	0.636	0.000	0.849	1.556	4	0.405 0	0.000 0	0.720 0	2.420 0
5	0.141	0.000	0.141	0.778	5	0.020 0	0.000 0	0.020 0	0.605 0
6	0.071	0.354	0.071	1.344	6	0.005 0	0.125 0	0.005 0	1.805 0
7	0.000	0.071	0.354	0.424	7	0.000 0	0.005 0	0.125 0	0.180 0
8	0.000	0.354	0.707	0.000	8	0.000 0	0.125 0	0.500 0	0.000 0
9	0.141	0.283	0.849	1.414	9	0.020 0	0.080 0	0.720 0	2.000 0
合并标准差	0.315	0.272	0.552	1.044	$T_c$	0.895 00	0.665 00	2.745 00	9.815 00
					合并方差	0.099 4	0.073 9	0.305 0	1.090 6

表 D. 5-R2-OR  $k$  值:2%离群值 AOT 替代值

实验室编号	材料 1	材料 2	材料 3	材料 4
1	1.79	1.04	0.64	1.29
2	0.00	1.30	0.64	0.68
3	1.12	1.30	1.15	0.68
4	2.02	0.00	1.54	1.49
5	0.45	0.00	0.26	0.74
6	0.22	1.30	0.13	1.29
7	0.00	0.26	0.64	0.41
8	0.00	1.30	1.28	0.00
9	0.45	1.04	1.54	1.35
合并标准差	0.315	0.272	0.552	1.044
$n=2$ , 指定 $p$ 的 2% 显著性水平的 $k$ (临界)				
$p$	9	9	9	9
$k$ (临界)	2.09	2.09	2.09	2.09
$>k$ (标准)的实验室编号	NA	NA	NA	NA
$k=s(i)/s_c$ , 式中 $s(i)$ ——各个单元标准差, $s_c$ = 合并所有实验室标准差。				

表 D.6-R2-OR 门尼黏度——精密度计算:5%和2%离群值替代值—最终精密度

ITP	$n$	2	2	2	2
	$p$	9	9	9	9
		材料 1	材料 2	材料 3	材料 4
$T_1$		472.550	637.150	871.350	686.150
$T_2$		24 818.208	45 109.543	84 382.103	52 436.448
$T_3$		0.895 00	0.665 00	2.745 00	9.815 00
计算 1	$(s_r)^2 = T_3/p$	0.099 4	0.073 9	0.305 0	1.090 6
$(s_L)^2 = \{[pT_2 - (T_1)^2]/p(p-1)\} - [(s_r)^2/2]$					
计算 2	$(s_L)^2$	0.788 7	0.320 8	2.460 0	15.096 5
$(s_R)^2 = (s_L)^2 + (s_r)^2$					
计算 3	$(s_R)^2$	0.888 1	0.394 7	2.765 0	16.187 0
$r(\text{重复性}) = 2.8[(s_r)^2]^{0.5}$					
计算 4	$r$	0.833	0.761	1.546	2.924
$R(\text{再现性}) = 2.8[(s_R)^2]^{0.5}$					
计算 5	$R$	2.64	1.76	4.66	11.27
材料平均值		52.51	70.79	96.82	76.24
标准差, $s_r$		0.315	0.272	0.552	1.044
标准差, $s_R$		0.942	0.628	1.663	4.023
相对( $r$ )		材料 1	材料 2	材料 3	材料 4
		1.68	1.08	1.60	3.84
	相对( $R$ )	5.03	2.48	4.81	14.78
步骤 1: 材料 1~4 的 5% 显著性水平离群值					
		材料 1	材料 2	材料 3	材料 4
$h$	实验室编号	9	1	9	9
$k$	实验室编号	4	无	4	4
步骤 2: 材料 1~4 的 2% 显著性水平离群值					
		材料 1	材料 2	材料 3	材料 4
$h$	实验室编号	无	无	8	无
$k$	实验室编号	1	无	无	无

表 D. 1-R1-OD 门尼黏度—修正数据:剔除 5%显著性水平离群值

实验室编号	材料 1		材料 2		材料 3		材料 4	
	第一天	第二天	第一天	第二天	第一天	第二天	第一天	第二天
1	50.8	51.9	—	—	98.0	97.5	74.3	76.2
2	53.0	53.0	70.0	70.5	95.5	96.0	71.0	72.0
3	52.4	51.9	70.1	70.6	96.7	97.6	74.6	75.6
4	—	—	70.0	70.0	—	—	—	—
5	52.3	52.1	70.5	70.5	98.2	98.4	78.0	79.1
6	54.4	54.3	71.5	71.0	97.0	97.1	82.4	84.3
7	52.8	52.8	71.5	71.4	96.9	97.4	73.8	74.4
8	53.0	53.0	71.0	70.5	102.0	101.0	78.0	78.0
9	—	—	71.0	70.6	—	—	—	—
日平均值	52.67	52.71	70.70	70.69	97.76	97.86	76.01	77.09
两天平均值		52.69		70.69		97.81		76.55
实验室间标准差	1.08	0.86	0.64	0.41	2.07	1.56	3.73	3.94
合并实验室间标准差		0.97		0.54		1.83		3.84

表 D. 2-R1-OD 单元平均值和单元平均值平方:剔除 5%显著性水平离群值

单元平均值					单元平均值平方				
实验室编号	材料 1	材料 2	材料 3	材料 4	实验室编号	材料 1	材料 2	材料 3	材料 4
1	51.35	—	97.75	75.25	1	2 636.82	—	9 555.06	5 662.56
2	53.00	70.25	95.75	71.50	2	2 809.00	4 935.06	9 168.06	5 112.25
3	52.15	70.35	97.15	75.10	3	2 719.62	4 949.09	9 438.12	5 640.01
4	—	70.00	—	—	4	—	4 900.00	—	—
5	52.20	70.50	98.30	78.55	5	2 724.84	4 970.25	9 662.89	6 170.10
6	54.35	71.25	97.05	83.35	6	2 953.92	5 076.56	9 418.70	6 947.22
7	52.80	71.45	97.15	74.10	7	2 787.84	5 105.10	9 438.12	5 490.81
8	53.00	70.75	101.50	78.00	8	2 809.00	5 005.56	10 302.25	6 084.00
9	—	70.80	—	—	9	—	5 012.64	—	—
$T_1$	368.850	565.350	684.650	535.850	$T_2$	19 441.048	39 947.270	66 983.213	41 106.958
单元平均值	52.69	70.67	97.81	76.55					
平均值方差	0.881 2	0.251 3	3.258 7	14.606 7					
平均值标准差	0.939	0.501	1.805	3.822					

注:单元平均值方差= $s^2(Y_{AV})$ 。

表 D. 3-R1-OD 单元平均值偏差  $d$  和  $h$  值:剔除 5%显著性水平离群值

单元偏差, $d$					单元 $h$ 值				
实验室编号	材料 1	材料 2	材料 3	材料 4	实验室编号	材料 1	材料 2	材料 3	材料 4
1	-1.34	—	-0.06	-1.30	1	-1.43	—	0.32	-0.34
2	0.31	-0.41	-2.06	-5.05	2	0.33	-0.82	-1.14	-1.32
3	-0.54	-0.36	-0.66	-1.45	3	-0.58	-0.72	-0.36	-0.38
4	—	-0.66	—	—	4	—	-1.32	—	—
5	-0.49	-0.16	0.49	2.00	5	-0.53	-0.32	0.27	0.52
6	1.66	0.59	-0.76	6.80	6	1.77	1.17	0.42	1.78
7	0.11	0.79	-0.66	-2.45	7	0.11	1.57	-0.36	-0.64
8	0.31	0.09	3.69	1.45	8	0.33	0.17	<b>2.05</b>	0.38
9	—	0.14	—	—	9	—	0.27	—	—
所有实验室					指定 $p$ 的 2% 显著性水平 $h$ (临界):				
单元平均值					$p$	7	8	7	7
单元平均值的					$h$ (临界)	1.89	1.95	1.89	1.89
标准差					> $h$ (临界)的	无	无	8	无
					实验室编号				

$h = d/s(Y_{AV})$ , 式中:  $d$  = 单元  $i$  平均值 - (所有单元平均值);  $s(Y_{AV})$  —— 单元平均值标准差。  
粗斜体为有效值。

表 D. 4R-R1-OD 单元极差和单元极差平方:剔除 5%显著性水平离群值

单元极差					单元极差平方				
实验室编号	材料 1	材料 2	材料 3	材料 4	实验室编号	材料 1	材料 2	材料 3	材料 4
1	1.100	—	0.500	1.900	1	1.210	—	0.250	3.610
2	0.000	0.500	0.500	1.000	2	0.000	0.250	0.250	1.000
3	0.500	0.400	0.900	1.000	3	0.250	0.160	0.810	1.000
4	—	0.000	—	—	4	0.000	0.000	0.000	—
5	0.200	0.000	0.200	1.100	5	0.040	0.000	0.040	1.210
6	0.100	0.500	0.100	1.900	6	0.010	0.250	0.010	3.610
7	0.000	0.100	0.500	0.600	7	0.000	0.010	0.250	0.360
8	0.000	0.500	1.000	0.000	8	0.000	0.250	1.000	0.000
9	—	0.400	—	—	9	—	0.160	—	—
极差平均值	0.271	0.300	0.529	1.071	$T_3$ (“单元极差平方”的总和)	1.510 0	1.080 0	2.610 0	10.790 0

表 D. 4S-R1-OD 单元标准差和方差:剔除 5%显著性水平离群值

单元标准差					单元方差				
实验室编号	材料 1	材料 2	材料 3	材料 4	实验室编号	材料 1	材料 2	材料 3	材料 4
1	0.778	—	0.354	1.344	1	0.605 0	—	0.125 0	1.805 0
2	0.000	0.354	0.354	0.707	2	0.000 0	0.125 0	0.125 0	0.500 0
3	0.354	0.283	0.636	0.707	3	0.125 0	0.080 0	0.405 0	0.500 0
4	—	0.000	—	—	4	—	0.000 0	—	—
5	0.141	0.000	0.141	0.778	5	0.020 0	0.000 0	0.020 0	0.605 0
6	0.071	0.354	0.071	1.344	6	0.005 0	0.125 0	0.005 0	1.805 0
7	0.000	0.071	0.354	0.424	7	0.000 0	0.005 0	0.125 0	0.180 0
8	0.000	0.354	0.707	0.000	8	0.000 0	0.125 0	0.500 0	0.000 0
9	—	0.283	—	—	9	—	0.080 0	—	—
合并标准差	0.328	0.260	0.432	0.878	$T_c$	0.755 00	0.540 00	1.305 00	5.395 00
					合并方差	0.107 9	0.067 5	0.186 4	0.770 7

表 D. 5-R1-OD  $k$  值:剔除 5%显著性水平离群值

实验室编号	材料 1	材料 2	材料 3	材料 4
1	2.37	—	0.82	1.53
2	0.00	1.36	0.82	0.81
3	1.08	1.09	1.47	0.81
4	—	0.00	—	—
5	0.43	0.00	0.33	0.89
6	0.22	1.36	0.16	1.53
7	0.00	0.27	0.68	0.48
8	0.00	1.36	1.64	0.00
9	—	1.09	—	—
合并标准差	0.328	0.260	0.432	0.878
$n=2$ , 指定 $p$ 的 2% 显著性水平的 $k$ (临界)				
$p$	7	8	7	7
$k$ (临界)	1.90	1.90	1.90	1.90
$>k$ (临界)的实验室编号	1	无	无	无
粗斜体为有效值。 $k = s(i)/s_c$ , 式中 $s(i)$ ——各个单元标准差, $s_c$ ——合并所有实验室标准差。				

表 D.6-R1-OD 门尼黏度—精密度计算,剔除 5%显著性水平离群值

IIP	$n$	2	2	2	2
	$p$	7	8	7	7
		材料 1	材料 2	材料 3	材料 4
$T_1$		368.850	565.300	684.650	535.850
$T_2$		19 441.048	39 947.270	66 983.213	41 106.958
$T_4$		0.755 00	0.540 00	1.305 00	5.395 00
计算 1	$(s_r)^2 = T_4/p$	0.107 9	0.067 5	0.186 4	0.770 7
$(s_L)^2 = \{[pT_2 - (T_1)^2]/p(p-1)\} - [(s_r)^2/2]$					
计算 2	$(s_L)^2$	0.827 3	0.217 5	3.165 5	14.414 0
$(s_R)^2 = (s_L)^2 + (s_r)^2$					
计算 3	$(s_R)^2$	0.935 1	0.285 0	3.351 9	15.184 7
$r(\text{重复性}) = 2.8[(s_r)^2]^{0.5}$					
计算 4	$r$	0.920	0.727	1.209	2.458
$R(\text{再现性}) = 2.8[(s_R)^2]^{0.5}$					
计算 5	$R$	2.71	1.49	5.13	10.91
材料平均值		52.69	70.66	97.81	76.55
标准差, $s_r$		0.328	0.260	0.432	0.878
标准差, $s_R$		0.967	0.534	1.831	3.897
相对( $r$ )		1.75	1.03	1.24	3.21
相对( $R$ )		5.14	2.12	5.24	14.25
步骤 1: 材料 1~4 的 5%显著性水平离群值					
		材料 1	材料 2	材料 3	材料 4
$h$	实验室编号	9	1	9	9
$k$	实验室编号	4	无	4	4
步骤 2: 材料 1~4 的 2%显著性水平离群值					
		材料 1	材料 2	材料 3	材料 4
$h$	实验室编号	无	无	8	无
$k$	实验室编号	1*	无	无	无
* 对于实验室 1 材料 1 单元值,没有剔除 2%显著性水平 $k$ 值(关于讨论,参看附录 D)。					

表 D. 1-R2-OD 门尼黏度—修正数据:剔除 2%显著性水平离群值<sup>a</sup>

实验室编号	材料 1		材料 2		材料 3		材料 4	
	第一天	第二天	第一天	第二天	第一天	第二天	第一天	第二天
1	50.8	51.9	—	—	98.0	97.5	74.3	76.2
2	53.0	53.0	70.0	70.5	95.5	96.0	71.0	72.0
3	52.4	51.9	70.1	70.6	96.7	97.6	74.6	75.6
4	—	—	70.0	70.0	—	—	—	—
5	52.3	52.1	70.5	70.5	98.2	98.4	78.0	79.1
6	54.4	54.3	71.5	71.0	97.0	97.1	82.4	84.3
7	52.8	52.8	71.5	71.4	96.9	97.4	73.8	74.4
8	53.0	53.0	71.0	70.5	—	—	78.0	78.0
9	—	—	71.0	70.6	—	—	—	—
日平均值	52.67	52.71	70.70	70.63	97.05	97.33	76.01	77.09
两天平均值		52.69		70.66		97.19		76.55
实验室间标准差	1.08	0.86	0.64	0.41	0.98	0.78	3.73	3.94
合并实验室间标准差		0.97		0.54		0.89		3.84

<sup>a</sup> 对于实验室 1 材料 1 2%显著性水平  $k$  值离群值没有被剔除(关于讨论参看附录 D)。

剔除 5%显著性水平离群值。

剔除 2%显著性水平离群值。

表 D. 2-R2-OD 单元平均值和单元平均值平方:剔除 2%显著性水平离群值

单元平均值					单元平均值平方				
实验室编号	材料 1	材料 2	材料 3	材料 4	实验室编号	材料 1	材料 2	材料 3	材料 4
1	51.35	—	97.75	75.25	1	2 636.82	—	9 555.06	5 662.56
2	53.00	70.25	95.75	71.50	2	2 809.00	4 935.06	9 168.06	5 112.25
3	52.15	70.35	97.15	75.10	3	2 719.62	4 942.09	9 438.12	5 640.01
4	—	70.00	—	—	4	—	4 900.00	—	—
5	52.20	70.50	98.30	78.55	5	2 724.84	4 970.25	9 662.89	6 170.10
6	54.35	71.25	97.05	83.35	6	2 953.92	5 076.56	9 418.70	6 947.22
7	52.80	71.45	97.15	74.10	7	2 787.84	5 105.10	9 438.12	5 490.81
8	53.00	70.75	—	78.00	8	2 809.00	5 005.56	—	6 084.00
9	—	70.80	—	—	9	—	5 012.64	—	—
$T_1$	368.850	565.350	583.150	535.850	$T_2$	19 441.048	39 947.270	56 680.963	41 106.958
单元平均值	52.69	70.66	97.19	76.55					
平均值方差	0.881 2	0.251 3	0.728 4	14.606 7					
平均值标准差	0.939	0.501	0.853	3.822					

注:单元平均值方差= $s^2(Y_{AV})$ 。

表 D. 3-R2-OD 单元平均值偏差  $d$  和  $h$  值:剔除 2%显著性水平离群值

单元偏差, $d$					单元 $h$ 值				
实验室编号	材料 1	材料 2	材料 3	材料 4	实验室编号	材料 1	材料 2	材料 3	材料 4
1	-1.34	—	0.56	-1.30	1	-1.43	—	0.65	-0.34
2	0.31	-0.41	-1.44	-5.05	2	0.33	-0.82	-1.69	-1.32
3	-0.54	-0.36	-0.04	-1.45	3	-0.58	-0.72	-0.05	-0.38
4	—	-0.66	—	—	4	—	-1.32	—	—
5	-0.49	-0.16	1.11	2.00	5	-0.53	-0.32	1.30	0.52
6	1.66	0.59	-0.14	6.80	6	1.77	1.17	-0.17	1.78
7	0.11	0.79	-0.04	-2.45	7	0.11	1.57	-0.05	-0.64
8	0.31	0.09	—	1.45	8	0.33	0.17	—	0.38
9	—	0.14	—	—	9	—	0.27	—	—
所有实验室					指定 $p$ 的 2%显著性水平 $h$ (临界):				
单元平均值 50.69 70.66 97.19 76.55					$p$	7	8	6	7
单元平均值的标准差					$h$ (临界)	1.89	1.95	1.89	1.80
标准差 0.939 0.501 0.853 3.822					> $h$ (临界)的实验室编号	NA	NA	NA	NA

$h = d/s(Y_{AV})$ , 式中:  $d$  = 单元  $i$  平均值 - (所有单元平均值);  $s(Y_{AV})$  —— 单元平均值标准差。

表 D. 4R-R2-OD 单元极差和单元极差平方:剔除 2%显著性水平离群值

单元极差					单元极差平方				
实验室编号	材料 1	材料 2	材料 3	材料 4	实验室编号	材料 1	材料 2	材料 3	材料 4
1	1.100	—	0.500	1.900	1	1.210	—	0.250	3.610
2	0.000	0.500	0.500	1.000	2	0.000	0.250	0.250	1.000
3	0.500	0.400	0.900	1.000	3	0.250	0.160	0.810	1.000
4	—	0.000	—	—	4	—	0.000	—	—
5	0.200	0.000	0.200	1.100	5	0.040	0.000	0.040	1.210
6	0.100	0.500	0.100	1.900	6	0.010	0.250	0.010	3.610
7	0.000	0.100	0.500	0.600	7	0.000	0.010	0.250	0.360
8	0.000	0.500	—	0.000	8	0.000	0.250	—	0.000
9	—	0.400	—	—	9	—	0.160	—	—
极差平均值	0.271	0.300	0.450	1.071	$T_3$ (“单元极差平方”的总和)	1.510 0	1.080 0	1.610 0	10.790 0

表 D. 4S-R2-OD 单元标准差和方差；剔除 2% 显著性水平离群值

标准差单元					方差单元				
实验室编号	材料 1	材料 2	材料 3	材料 4	实验室编号	材料 1	材料 2	材料 3	材料 4
1	0.778	—	0.354	1.344	1	0.605 0	—	0.125 0	1.805 0
2	0.000	0.354	0.354	0.707	2	0.000 0	0.125 0	0.125 0	0.500 0
3	0.354	0.283	0.636	0.707	3	0.125 0	0.080 0	0.405 0	0.500 0
4	—	0.000	—	—	4	—	0.000 0	—	—
5	0.141	0.000	0.141	0.778	5	0.020 0	0.000 0	0.020 0	0.605 0
6	0.071	0.354	0.071	1.344	6	0.005 0	0.125 0	0.005 0	1.805 0
7	0.000	0.071	0.354	0.424	7	0.000 0	0.005 0	0.125 0	0.180 0
8	0.000	0.354	—	0.000	8	0.000 0	0.125 0	—	0.000 0
9	—	0.283	—	—	9	—	0.080 0	—	—
合并标准差	0.328	0.260	0.366	0.878	$T_c$	0.755 00	0.540 00	0.805 00	5.395 00
					合并方差	0.107 9	0.067 5	0.134 2	0.770 7

表 D. 5-R2-OD  $k$ -值；剔除 2% 重要离群值

实验室编号	材料 1	材料 2	材料 3	材料 4
1	2.37	—	0.97	1.53
2	0.00	1.36	0.97	0.81
3	1.08	1.09	1.74	0.81
4	—	0.00	—	—
5	0.43	0.00	0.39	0.89
6	0.22	1.36	0.19	1.53
7	0.00	0.27	0.97	0.48
8	0.00	1.36	—	0.00
9	—	1.09	—	—
合并标准差	0.328	0.260	0.366	0.878
$n=2$ , 指定 $p$ 的 2% 显著性水平的 $k$ (临界)				
$p$	7	8	6	7
$k$ (临界)	2.04	2.07	2.04	2.00
$>k$ (标准)的实验室编号	NA	NA	NA	NA
$k=s(i)/s$ , 式中: $s(i)$ ——各个单元标准差, $s$ ——合并所有实验室标准差。				

表 D.6-R2-OD 门尼黏度—精密度计算：剔除 5% 和 2% 显著性水平离群值—最终精密度<sup>a</sup>

ITP	$n$	2	2	2	2
	$p$	7	8	6	7
		材料 1	材料 2	材料 3	材料 4
$T_1$		368.850	565.300	583.150	535.850
$T_2$		19 441.048	39 947.270	56 680.963	41 106.958
$T_4$		0.755 00	0.540 00	0.805 00	5.395 00
计算 1	$(s_r)^2 = T_4/p$	0.107 9	0.067 5	0.134 2	0.770 7
$(s_L)^2 = \{[pT_2 - (T_1)^2]/p(p-1)\} - [(s_r)^2/2]$					
计算 2	$(s_L)^2$	0.827 3	0.217 5	0.661 3	14.221 3
$(s_R)^2 = (s_L)^2 + (s_r)^2$					
计算 3	$(s_R)^2$	0.935 1	0.285 0	0.796	14.992
$r(\text{重复性}) = 2.8[(s_r)^2]^{0.5}$					
计算 4	$r$	0.920	0.727	1.026	2.458
$R(\text{再现性}) = 2.8[(s_R)^2]^{0.5}$					
计算 5	$R$	2.71	1.49	2.50	10.84
材料平均值		52.69	70.66	97.19	76.55
		材料 1	材料 2	材料 3	材料 4
标准差, $s_r$		0.328	0.260	0.366	0.878
标准差, $s_R$		0.967	0.534	0.892	3.872
相对( $r$ )		1.75	1.03	1.34	2.53
相对( $R$ )		5.14	2.12	3.26	11.15
步骤 1: 材料 1~4 的 5% 显著性水平离群值					
		材料 1	材料 2	材料 3	材料 4
$h$	实验室编号	9	1	9	9
$k$	实验室编号	4	无	4	4
步骤 2: 材料 1~4 的 2% 显著性水平离群值					
		材料 1	材料 2	材料 3	材料 4
$h$	实验室编号	无	无	8	无
$k$	实验室编号	1 <sup>a</sup>	无	无	无
<sup>a</sup> 对于实验室 1 材料 1 的单元值, 没有剔除 2% 显著性水平 $k$ 值(关于讨论参看附录 D)。					

## 附录 E

(资料性附录)

## GB/T 6379 的背景和精密度确定的新发展

## E.1 GB/T 6379 的要点

国内试验方法标准的主要精密度标准是 GB/T 6379, 该标准试图包括各种测试团体。常常这种总括的方法不能涉及一些技术科目的所有基本要求。橡胶和炭黑工业就是这种类型, 有两个主要问题: (1) 严格执行 GB/T 6379 的所有规定与这两个行业现行的操作程序和过去的试验历史相抵触; (2) GB/T 6379 没有涉及橡胶和炭黑试验所特有的某些要求。

其中一个主要问题是重复性的定义。GB/T 6379 将重复性和再现性定义为引起测试变异性的试验条件相反的极端。GB/T 6379 中的重复性表示为绝对最小变异性条件下的“实验室内”精密度——同样的试验材料或样本, 相同的实验室、操作者、设备和校准周期, 在尽可能短的测量时间内。而在相反的极端, 再现性是“实验室间”的精密度, 虽然通常用相同类型的设备测试相同材料或样本, 但是试验环境不同: 不同的场地、设备、操作者或技术人员和校准操作。

GB/T 6379 重复性定义对于 ISO/TC 45 的试验太严格。对于理论科学中权威性的试验, 这只能提供资料以知道最短的时间间隔或最高的精密度水平。但是, 这对工业工艺中的具体实验室操作是不现实的, 几乎没有实用价值, 因为不可能日对日为条件评价实验室操作。术语“日对日”表示对于使用相同试样和恒定试验条件的任何实验室, 在任一周的第一天所获得的试验结果应理想地与下一周的第一天相同。这是重要的重复性时间周期。

GB/T 6379 的这个缺陷(当它最初被起草时)就被认识到了, 并且试图通过确定重复性精密度的“中间度量”来解决这一问题(见 GB/T 6379.3)。但是, 中间度量方法很难应用和使用。在橡胶或炭黑工业中过去没有以 GB/T 6379.3 所给出的方式使用这种方法的历史, 因为 GB/T 6379.3 实际上不涉及 ISO/TC 45 所面对的其他精密度问题。

## E.2 本标准的要点

本标准介绍了一个经常性的发现, 许多试验方法的再现性相当大。经验证明, 差的再现性通常由那些与彼此完全一致的实验室有很大不同的实验室引起的。由离群值引起的有害影响已促进被称为“稳健统计”的分析程序的开发。虽然关于精密度分析中的这个题目的术语仍在确定之中, 但是, 当这种方法应用于实验室间试验方案, 稳健统计从属性上讲就可确定为消除或基本上减小离群值影响的统计分析方法。GB/T 6379.5(第4章)讲述了这个课题。但是, GB/T 6379.5 的这种方法相当难用, 在计算方面还多少难以应用。一个更容易理解的“稳健统计”方法是本标准第8章, 第9章和第10章和适用于这三章的附录所概述的“3个分析步骤”。

用 GB/T 6379 中所使用的大部分术语对于 ISO/TC 45 的要求是适当的。ISO/TC 45 大量的试验方法要求为重复性和其他精密度术语加以定义, 以及对应加以确定的精密度类型进行全面的处理。本标准中术语的定义有大量的指导内容, 作为增进精密度确定的理解是一种尝试, 并且它们带有过去几十年间橡胶和炭黑工业中所进行试验的特性。

全局试验组织方案中最后一个问题是当前使用的“不确定度”的概念。这是目前 ISO/TC 69 以及 ISO 关于计量学的技术委员会和其他类似组织的涉及的一个复杂的理论问题。现在, 关于不确定度某些方面和应该怎样测定它的看法已经出现分歧。由于不确定度与测量或试验结果变化或误差有关, 它常常与精密度相混淆。

不确定度的一般定义在第3章中给出, 并且与精密度联系起来进行讨论, 以避免在这一课题上出现任何混淆。

参 考 文 献

- [1] YODEN, W. J. : 实验室间试验结果图示分析, 工业质量控制, 24-8(1959年5月).
  - [2] YODEN, W. J. 和 STEINER, E. H. : 美国公职分析化学家协会统计指南, AOAC 华盛顿 DC(1975).
  - [3] VEITH, A. G. : 聚合物检测精密度—全局性的重要课题, 聚合物检测, 7, pp. 239-267(1987).
  - [4] VEITH, A. G. : 实验室间试验精密度评价的新方法, 聚合物检测, 12, pp. 113-184(1993).
  - [5] ISO 289:1985, 未硫化橡胶 门尼黏度的测定(现已撤消).
-

中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
橡 胶 与 橡 胶 制 品 试 验 方 法 标 准  
精 密 度 的 确 定

GB/T 14838—2009/ISO/TR 9272,2005

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

\*

开本 880×1230 1/16 印张 4.5 字数 130 千字  
2009年10月第一版 2009年10月第一次印刷

\*

书号:155066·1-38754 定价 60.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68533533