



中华人民共和国国家标准

GB/T 28043—2019/ISO 13528:2015
代替 GB/T 28043—2011

利用实验室间比对进行能力验证的 统计方法

Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparison

(ISO 13528:2015, IDT)

2019-12-10 发布

2020-07-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
利用实验室间比对进行能力验证的
统计方法

GB/T 28043—2019/ISO 13528:2015

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址: www.spc.org.cn

服务热线: 400-168-0010

2019年12月第一版

*

书号: 155066·1-63992

版权专有 侵权必究

目 次

前言	III
引言	V
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 通则	4
4.1 统计方法的通用要求	4
4.2 基本模型	4
4.3 能力评定的通用方法	4
5 能力验证计划的统计设计指南	5
5.1 能力验证计划的统计设计	5
5.2 统计设计的基础	5
5.3 考虑结果的统计分布	6
5.4 参加者数量较少时的考虑因素	6
5.5 报告格式的指导原则	7
6 能力验证样品和结果的初审	8
6.1 能力验证样品的均匀性和稳定性	8
6.2 考虑的不同测量方法	9
6.3 删除错误数据	9
6.4 数据的直观检查	9
6.5 稳健统计方法	9
6.6 离群值检验	10
7 指定值及其标准不确定度的确定	10
7.1 指定值的确定方法	10
7.2 指定值不确定度的确定	11
7.3 由配方法确定	11
7.4 由有证标准样品确定	12
7.5 由单一实验室的结果确定	12
7.6 由专家实验室的公议值确定	13
7.7 由参加者的公议值确定	13
7.8 指定值与独立参照值的比较	14
8 能力评定标准差的确定	15
8.1 确定评定准则的方法	15

8.2	由专家意见确定	15
8.3	由以往能力验证计划的经验确定	15
8.4	由一般模型确定	16
8.5	由测量方法精密度的协同研究得到的重复性和再现性标准差确定	16
8.6	由同一轮能力验证计划所得数据确定	16
8.7	能力评定标准差的监测	17
9	能力评定统计量的计算	18
9.1	能力评定的通用原则	18
9.2	对指定值不确定度的限定	18
9.3	测量误差的估计	18
9.4	z 值	19
9.5	z' 值	20
9.6	Zeta 值(ζ)	20
9.7	E_n 值	21
9.8	能力验证中参加者不确定度的评定	22
9.9	组合能力评分	23
10	应用图示法描述能力评分	23
10.1	图示法的应用	23
10.2	参加者结果或能力评分的直方图	23
10.3	核密度图	24
10.4	标准化能力评分的条形图	25
10.5	尧敦图	25
10.6	重复性标准差图	26
10.7	分割样品	26
10.8	组合多轮能力验证计划中能力评分的图示法	26
11	定性能力验证计划的设计与分析(包括名义和有序特性)	27
11.1	定性数据的类型	27
11.2	统计设计	27
11.3	定性能力验证计划的指定值	28
11.4	定性能力验证计划的能力评定和评分方法	29
附录 A (规范性附录)	符号	31
附录 B (规范性附录)	能力验证样品的均匀性和稳定性	33
附录 C (规范性附录)	稳健分析	39
附录 D (资料性附录)	统计方法附加指南	47
附录 E (资料性附录)	示例	51
参考文献	71

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 28043—2011《利用实验室间比对进行能力验证的统计方法》。本标准与 GB/T 28043—2011 相比,主要技术变化如下:

——增加了定性能力验证统计方法的内容(见第 11 章);

——增加了计算密集型稳健估计方法的内容(见 C.5)。

本标准使用翻译法等同采用 ISO 13528:2015《利用实验室间比对进行能力验证的统计方法》。

与本标准中规范性引用的国际文件有一致性对应关系的我国文件如下:

——GB/T 3358.1—2009 统计学词汇及符号 第 1 部分:一般统计术语与用于概率的术语 (ISO 3534-1:2006, IDT)

——GB/T 3358.2—2009 统计学词汇及符号 第 2 部分:应用统计 (ISO 3534-2:2006, IDT)

——GB/T 6379.1—2004 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第 1 部分:总则与定义 (ISO 5725-1:1994, IDT)

——GB/T 15000.2—1994 标准样品工作导则(2) 标准样品常用术语及定义 (ISO 指南 30:1991, NEQ)

——GB/T 27043—2012 合格评定 能力验证的通用要求 (ISO/IEC 17043:2010, IDT)

本标准做了下列编辑性修改:

——将 6.5.2 末尾“(参见附录 D)”更正为“(参见附录 C)”;

——将式(5)“ $U_{\text{char}} = \sqrt{u_{\text{CRM}}^2 + u_d^2}$ ”更正为“ $u_{\text{char}} = \sqrt{u_{\text{CRM}}^2 + u_d^2}$ ”;

——将 9.8.2 注“参见 E.3”更正为“参见 E.4”;

——将式(19)“ $q_i = q_{\min}(i-1) \frac{q_{n_k} - q_1}{n_k - 1}$ ”更正为“ $q_i = q_{\min} + (i-1) \frac{q_{n_k} - q_1}{n_k - 1}$ ”;

——将式(20)“ $h_i = \frac{1}{p} \sum_{j=1}^p \varphi \left(\frac{x_j - q_i}{\sigma_k} \right)$ ”更正为“ $h_i = \frac{1}{p \cdot \sigma_k} \sum_{j=1}^p \varphi \left(\frac{x_j - q_i}{\sigma_k} \right)$ ”;

——将 B.2.3 第七行“参考文献[33]”更正为“参考文献[32]”;

——将表 B.1 中“gm”更正为“g”;

——将 B.2.3 中“ $F_{2m} = (F_{g-1, g(m-1), 0.95-1})/m$ ”更正为“ $F_m = (F_{g-1, g(m-1), 0.95})/m$ ”;

——将 B.2.3 中“ $F_{g-1, g(m-1), 0.95-1}$ ”更正为“ $F_{g-1, g(m-1), 0.95}$ ”;

——将 B.2.3 中“ $F_1 = \chi_{0.95(g-1)}^2$ ”更正为“ $F_1 = \chi_{0.95(g-1)}^2 / (g-1)$ ”;

——将式(B.4)“ $\bar{x}_t = \frac{1}{m} \sum_{k=1}^m x_k$ ”和“ $s_t^2 = \frac{1}{m} \sum_{k=1}^m (x_k - \bar{x}_t)^2$ ”分别更正为“ $\bar{x}_t = \frac{1}{m} \sum_{k=1}^m x_{t,k}$ ”和“ $s_t^2 = \frac{1}{m} \sum_{k=1}^m (x_{t,k} - \bar{x}_t)^2$ ”;

——将式(B.5)“ $w_t^2 = \frac{1}{(m-1)} \sum_{k=1}^m (x_k - \bar{x}_t)^2$ ”更正为“ $w_t^2 = \frac{1}{m-1} \sum_{k=1}^m (x_{t,k} - \bar{x}_t)^2$ ”;

——将式(B.7)“ $s_x^2 = \frac{1}{(g-1)} \sum_{i=1}^g (\bar{x}_i - \bar{x})^2$ ”更正为“ $s_x^2 = \frac{1}{g-1} \sum_{i=1}^g (\bar{x}_i - \bar{x})^2$ ”;

——将式(B.8)“ $s_w^2 = \frac{1}{g} \sum_{i=1}^g s_i^2$ ”更正为“ $s_w^2 = \frac{1}{g} \sum_{i=1}^g w_i^2$ ”;

——将式(B.16)“ $s_s = \max\left(0, \sqrt{s_x^2 - \left(\frac{s_w^2}{2}\right)}\right)$ ”更正为“ $s_s = \max\left(0, \sqrt{s_x^2 - \left(\frac{s_w^2}{2}\right)}\right)$ ”；

——将 B.4.2.3 e) 中“如上 a)”更正为“如上 b)”；

——将 C.5.2 注 4 中“式(C.21)”更正为“式(C.19)”；

——将 C.5.4 中两处“C.5.3.2”更正为“C.5.2.2”。

本标准由全国统计方法应用标准化技术委员会(SAC/TC 21)提出并归口。

本标准起草单位:中国标准化研究院、中国合格评定国家认可中心、北京海关技术中心、北京工业大学。

本标准主要起草人:张帆、丁文兴、王强、曹实、乔彩霞、吴效槐、周健、谢田法、田玲、赵静。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 28043—2011。

引 言

0.1 能力验证的目的

能力验证是通过实验室间比对来确定参加者(可以是实验室、检验机构或其他部门)对与特定监测或测量的能力,也可用于监测实验室的持续能力。ISO/IEC 17043 中描述了一些特定目的的能力验证,包括:实验室能力评定、识别实验室存在的问题、建立检测或测量方法的有效性和可比性、增强实验室客户的信心、确认实验室声称的不确定度,以及对参加实验室进行培训。能力验证的统计设计和应用的分析技术要适用于声称的目的。

0.2 能力验证计划中能力评分的基本原理

能力验证中有很多可用的评分策略。尽管不同评分策略的计算方式有所差异,但大部分能力验证计划中都会比较参加者结果与指定值的差异,并根据数字准则来判定是否需要关注引起该差异的原因。因此,确定指定值的方法和选择评价参加者结果差异的准则是非常重要的。特别重要的是,指定值和评价差异的准则是否独立于参加者结果,或由参加者结果计算得到。本标准中两种策略均已给出。然而,需要注意第 7 章和第 8 章中给出的选择指定值或评价差异准则不是由参加者结果得出时的优缺点。一般说来,选择指定值和评价差异的准则独立于参加者结果是有优势的。特别的,评价相对于指定值偏离的准则(如能力评定标准差或允许的测量误差)要适用于测量结果的最终用途才是有意义的。

0.3 本标准 and ISO/IEC 17043

本标准对 ISO/IEC 17043 中关于统计设计、能力验证样品验证、结果审核和汇总统计量报告等内容提供了支持。ISO/IEC 17043 的附录 B 简要描述了能力验证计划的一般统计方法。本标准是 ISO/IEC 17043 的补充,给出了能力验证统计方法的详细指南。

本标准重复了 ISO/IEC 17043 中关于能力验证的定义,并且包含了其中描述能力验证类别和设计范围的注。本标准不能涵盖所有目的、设计、基质和被测量。本标准给出的技术是广泛适用的,特别是新建立的能力验证计划。可以预期对一个特定的能力验证计划其使用的统计技术会随着计划的成熟而不断发展,其中更完善的评分、评价准则、图方法将更好地服务于参加者、认可机构和监管部门的特殊需求。

本标准包含了已发布的分析化学实验室能力验证指南,但额外包含了允许其他有效的测量方法和定性鉴定使用的更广范围的程序。本标准的本次修订包含了第一版中大部分的统计方法和指南,增加了之前的参考文献更新和 ISO/IEC 17043 扩展的范围所包含的内容。ISO/IEC 17043 包含了对个人和检验机构的能力验证,其包含了对定性结果的考虑。

本标准中统计技术与其他标准保持一致,特别是 ISO 5725 系列。这些技术也反映了其他标准中的技术内容,同时也与 ISO/IEC 指南 98-3(GUM)和 ISO/IEC 指南 99(VIM)保持一致。

利用实验室间比对进行能力验证的 统计方法

1 范围

本标准规定了能力验证提供者在能力验证计划设计和数据分析时所用的统计方法,并对能力验证计划的参加者和认可机构利用所得数据提出了建议。

本标准给出的方法可用于证明实验室、检验机构和个人给出的测量结果满足特定要求,其能力是可接受的。

本标准适用于能力验证中报告结果为定量结果和定性结果的情形。

注:本标准中的方法也适用于评估专家观点,专家观点或判断是通过与独立参照值或公认值比较获得。例如,通过检验对能力验证样品进行分类,或通过检验确定能力验证样品是否制备成功,或是否是同一来源,并且对分类结果进行客观比较,本标准的条款也适用于分类(定性)特性的分析。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

ISO 3534-1 统计学 词汇及符号 第1部分:一般统计术语与用于概率的术语(Statistics—Vocabulary and symbols—Part 1: General statistical terms and terms used in probability)

ISO 3534-2 统计学 词汇及符号 第2部分:应用统计(Statistics—Vocabulary and symbols—Part 2: Applied statistics)

ISO 5725-1 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第1部分:总则与定义[Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results—Part 1: General principles and definitions]

ISO/IEC 17043:2010 合格评定 能力验证的通用要求(Conformity assessment—General requirements for proficiency testing)

ISO 指南 30 标准样品 常用术语和定义(Reference materials—Selected terms and definitions)

ISO/IEC 指南 99 国际计量学词汇 基础通用概念和相关术语[international Vocabulary of metrology—Basic and general concepts and associated terms(VIM)]

3 术语和定义

ISO 3534-1、ISO 3534-2、ISO 5725-1、ISO/IEC 17043、ISO 指南 30 和 ISO/IEC 指南 99 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。当以上引用文件的术语和定义有差别时,应以 ISO 3534-1 和 ISO 3534-2 为准。附录 A 给出了符号。

3.1

实验室间比对 interlaboratory comparison

两个或两个以上实验室在预定条件下对同一或相似的检测对象进行测量或检测的组织、实施和评