



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 6683.1—2021

代替 GB/T 6683—1997

## 石油及相关产品 测量方法与结果精密度 第 1 部分：试验方法精密度数据的确定

Petroleum and related products—Precision of measurement methods and results—  
Part 1: Determination of precision data in relation to methods of test

(ISO 4259-1:2017, MOD)

2021-10-11 发布

2022-05-01 实施

国家市场监督管理总局 发布  
国家标准化管理委员会

## 目 次

前言 .....	I
引言 .....	III
1 范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 术语和定义 .....	1
4 确定试验方法精密度的实验室间研究计划阶段 .....	4
4.1 总则 .....	4
4.2 编制试验方法草案 .....	4
4.3 设计至少两个实验室参与的预备试验 .....	4
4.4 设计实验室间研究 .....	4
4.5 执行实验室间研究 .....	5
5 实验室间研究结果的统计学处理 .....	6
5.1 一般建议 .....	6
5.2 使用广义极值平均偏差(GESD)技术预筛 .....	6
5.3 数据变换与离群值检验 .....	7
5.4 舍弃一个样品(来自所有实验室)的全部数据 .....	13
5.5 估计缺失或舍弃值 .....	14
5.6 离群实验室舍弃检验 .....	14
5.7 所选变换的确认 .....	15
6 方差分析及精密度估值的计算和表达 .....	16
6.1 总则 .....	16
6.2 方差分析 .....	17
6.3 均方期望和精密度估值计算 .....	19
6.4 试验方法精密度表达 .....	21
附录 A (资料性) 估算自由度达到至少 30 所需实验室和样品数目的公式推导 .....	23
附录 B (规范性) 所需样品数量的确定 .....	25
附录 C (规范性) 统计处理所需数据和表格及检验 .....	26
附录 D (规范性) 同时确定数据中多个离群值的 GESD 技术 .....	30
附录 E (规范性) 溴值实验室间研究测定结果举例和统计表 .....	37
附录 F (规范性) 关联类型及相应变换 .....	45
附录 G (规范性) 加权线性回归分析 .....	51
附录 H (规范性) 重复性标准差和实验室标准差使用不同方式变换 .....	54
附录 I (资料性) 符号及解释汇总 .....	62
参考文献 .....	65

## 前 言

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

本文件是 GB/T 6683《石油及相关产品 测量方法与结果精密度》的第 1 部分。GB/T 6683 已经发布了以下部分：

——第 1 部分：试验方法精密度数据的确定。

本文件代替 GB/T 6683—1997《石油产品试验方法精密度数据确定法》，与 GB/T 6683—1997 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 增加和更改了部分术语和定义(见第 3 章,1997 年版的第 3 章)；
- b) 增加了预备试验程序(见 4.3)；
- c) 增加了考察样品的参数杠杆率(见 4.4)；
- d) 更改了确定实验室数与样品数的方法(见 4.4,1997 年版的 4.3)；
- e) 更改了执行实验室间研究的具体要求(见 4.5,1997 年版的 4.4 和 4.5)；
- f) 增加了示意变换和离群值检验程序的流程图 1(见 5.1)；
- g) 增加了用于预筛试验结果的技术“广义极值平均偏差(GESD)”(见 5.2)；
- h) 增加了对是否需要进行数据变换与变换是否成功的显著性检验的要求与示例(见 5.3.1)；
- i) 增加了对离群值的说明(见 5.3.2)；
- j) 增加了在舍弃离群数据后，检查已用变换是否有效的要求(见 5.6)；
- k) 增加了所选变换确认的要求、方法及示例(见 5.7)；
- l) 更改了含估计值均方期望的表达式(见 6.3.2,1997 年版的 6.2.2)；
- m) 增加了对再现性自由度小于 30 情况下，优化试验方法的建议(见 6.3.3.2)；
- n) 更改了精密度表达方式(见 6.4,1997 年版的 6.3)；
- o) 增加了确定样品数量的说明作为附录 B；
- p) 更改了关于数据表格和检验的附录 C(见附录 C,1997 年版的附录 A)；
- q) 增加了对 GESD 技术的说明作为附录 D；
- r) 增加了正态分布临界值的计算(见附录 E 中 E.8)；
- s) 更改了关联类型及变换的附录 F(见附录 F,1997 年版的附录 C)；
- t) 增加了加权线性回归分析的说明作为附录 G；
- u) 增加了重复性与再现性使用不同变换的方法作为附录 H。

本文件使用重新起草法修改采用 ISO 4259-1:2017《石油及相关产品 测量方法与结果精密度 第 1 部分：试验方法精密度数据的确定》。

本文件与 ISO 4259-1:2017 相比做了下述结构调整：

- 调整了附录的编号及顺序；
- 将附录 D 中计算示例内容移入 5.3~6.3；
- 将 F.3 的内容移入附录 G；
- 将 F.4 中内容移入 5.3.1。

本文件与 ISO 4259-1:2017 的主要技术差异及其原因如下：

- 关于规范性引用文件，本文件做了具有技术性差异的调整，以适应我国的技术条件，调整的情况集中反映在第 2 章“规范性引用文件”中，具体调整如下：

- 用等同采用国际标准的 GB/T 6379.2 代替了 ISO 5725-2:1994(见 5.3.1)；
- 增加引用了 GB/T 8170(见 H.5.1)。

——增加了重复性与再现性使用不同变换的方法,以满足使用要求。

——删除了 ISO 4259-1:2017 中未在文中使用的术语 3.6 及 3.10。

——删除了 ISO 4259-1:2017 中 6.5 关于试验方法范围的规定,以适应我国使用情况。

——删除了 ISO 4259-1:2017 中 6.6 关于试验方法报告限值说明,以适应我国使用情况。

——删除了 ISO 4259-1:2017 中对第 7 章  $R/r$  比值的说明,以适应我国使用情况。

——删除了 ISO 4259-1:2017 中对符号的介绍 C.1,以符合 GB/T 1.1 编写要求。

——删除了 ISO 4259-1:2017 的附录 G 中关于修约的内容。

本文件做了下列编辑性修改:

——纳入了 ISO 4259-1:2017/Amd 1:2019 及 ISO 4259-1:2017/Amd 2:2020 的修正内容,所涉及的条款已通过在其外侧页边空白位置的垂直双线(∥)进行了标示;

——更改了 5.3.1 中图 1,以体现本文件与 ISO 4259-1:2017 技术差异的情况;

——更改了 5.3.3 的表述,以符合中文表述习惯;

——更改了 5.3.4 的表述,以符合中文表述习惯;

——更改了 5.4 的表述,以符合中文表述习惯;

——更改了 6.3.2 中的符号  $K$ (改为  $J$ ),以免与 5.3.1 公式(5)中的  $K$  重复;

——删除了表 I.1 中公式和章条列,以避免重复。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由全国石油产品和润滑剂标准化技术委员会(SAC/TC 280)提出并归口。

本文件起草单位:中国石油化工股份有限公司石油化工科学研究院、南开大学。

本文件主要起草人:赵玥、杨婷婷、张妍、常春艳、郝丽春。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为:

——1986 年首次发布,1997 年第一次修订;

——本次为第二次修订。

## 引 言

为了进行质量控制、检验产品与规格相符性,需要使用标准试验方法评价石油产品的性质。以指定的同一或不同方法,对特定样品的同一性质进行两次或多次测量,往往无法得到完全一致的结果。因此,有必要基于统计学原理对试验方法精密度进行估计,即对指定状态下两个或更多结果间期望一致程度的客观测量。本文件给出试验方法精密度的确定程序及精密度数据的应用。GB/T 6683 拟由五个部分构成。

- 第1部分:试验方法精密度数据的确定。目的在于确立设计实验室间研究(ILS)的方法,及采用该研究估计试验方法精密度的计算方法。
- 第2部分:试验方法精密度数据的解释和应用。目的在于确立:当性质由特定试验方法确定时,基于试验方法精密度设置性质规格限值的方法,及当供货方与收货方取得不一致结果时规格相符性状态的判断。
- 第3部分:试验方法精密度数据的监测和确认。目的在于确立日常监测试验方法所达到精密度与标准试验方法中所发布精密度相比较的方法。
- 第4部分:实验室执行试验方法标准处于统计受控状态的验证。目的在于确定使用统计控制图,确认单个实验室在执行试验方法标准时是否受控制的方法。
- 第5部分:测量同一特性的不同方法间相对偏差的评估。目的在于确立用于评价两种方法间相对偏差的统计研究方法,及相对偏差间的函数关系的确定。

# 石油及相关产品 测量方法与结果精密度

## 第 1 部分：试验方法精密度数据的确定

### 1 范围

本文件描述了设计实验室间研究(ILS)的方法,及采用该研究估计试验方法精密度的计算方法。本文件规定了为确定试验方法精密度而进行的 ILS 计划的步骤(第 4 章),以及根据该研究结果计算精密度的方法(第 5 章和第 6 章)。

本文件所规定程序适用于均相的石油及相关产品。本文件规定的程序可应用于其他类型的均相产品,应用于均匀度有待证实的产品时需慎重。

### 2 规范性引用文件

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

GB/T 6379.2 测量方法与结果的准确度(正确度与精密度) 第 2 部分:确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法(GB/T 6379.2—2004,ISO 5725-2:1994,IDT)

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

### 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

#### 3.1

**方差分析 analysis of variance; ANOVA**

将响应变量的总变异分解为若干有意义的分量以确定变异来源的技术。

[来源:GB/T 3358.3—2009,3.4,有修改]

#### 3.2

**接受参照值 accepted reference value; ARV**

用作比较的经协商一致的标准值,包括:

- a) 基于科学原理的理论值或确定值;
- b) 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) 根据科学或工程组织主持下的合作实验工作中的同意值或认证值;
- d) 当 a)、b)、c)不能获得时,则用可测量的期望,即规定测量总体的均值。

注:例如,由实验室间研究得到的结果。

[来源:GB/T 3358.2—2009,3.2.7,有修改]

#### 3.3

**实验室间方差 between laboratory variance**

总方差的组分,可归于不同实验室均值的差异。

注 1: 当对多个实验室所得的结果进行比较时,其分散性通常要比单个实验室进行同样次数的试验所得结果要宽一