

能力验证结果的统计处理和实验室能力评价方法

摘要: 本文详细介绍了在国家认监委组织的塑料包装材料阻隔性能测试能力验证项目中能力验证结果的统计过程、计算方法以及实验室能力评价细节, Labthink 兰光作为技术协作单位参与了这项重要工作。

关键词: 氧气透过量, 水蒸气透过量, 能力验证, 数据统计, 离群

2007 年, 国家认证认可监督管理委员会 (CNCA) 在全国范围内组织开展了规模空前的“塑料包装材料阻隔性能测试——氧气透过量和水蒸气透过量的测试”实验室能力验证项目, 现在结果即将发布。Labthink 兰光作为本次能力验证项目的唯一技术协作单位参与了结果统计这项重要工作。本文将对本次能力验证结果的统计处理方法以及实验室能力评价细节进行详细的介绍。

1. 数据统计简介

本次塑料包装材料阻隔性能测试能力验证项目的数据统计处理采用 CNAS-GL02《能力验证结果的统计处理和实验室能力评价指南》中检测实验室间能力验证计划的结果处理方法, 使用稳健 (Robust) 统计方法评价参加实验室该项目的检测能力。

CNAS-GL02 为 CNAS 能力验证结果的统计处理和根据统计处理结果对实验室进行能力评价的方法提供了指南, 它包括检测实验室间能力验证计划和校准实验室间能力验证计划的结果处理方法等。其中, 检测实验室间能力验证计划结果处理方法的统计程序能够适用于大部分的检测能力验证计划, 只要可行, 能力验证计划的结果分析应尽量采用这些程序。在利用参加能力验证计划的结果判定实验室能力时, 通常不作出“合格”与否的结论, 而是使用“满意/不满意”或“离群”的概念。如果一个结果被认为是离群值, 这意味着从统计上看它明显地不同于本组的其他结果。

2. 统计方法介绍

进行统计分析的前提是假设分析的结果服从正态分布。正态分布是统计分布中最常见的类型, 计划组织者 (特别是技术专家) 必须注意所有获得的结果应近似于正态分布。在开始进行统计分析之前, 应采取措施确保所采集的数据是正确、合理的。必须仔细检查数据, 并通过这个检查过程对数据中的粗大误差和潜在问题进行识别。

2.1 总计统计量

通常在数据统计过程中必须计算以下七种综合的统计量。这些统计量的计算是进行实验室结果统计评价的基

础。

1. 结果数，是从一个特定检测中得到的结果总数，符号为 N 。
2. 中位值，是一组数据的中间值。如果 N 是奇数，那么中位值是一个单一的中心值，即 $X \frac{[(N+1)]}{2}$ 。如果 N 是偶数，那么中位值是两个中心值的平均，即是 $\frac{(X[\frac{N}{2}] + X[(\frac{N}{2}) + 1])}{2}$ 。
3. 标准四分位间距（标准化 IQR），是一个结果变异性的量度，等于四分位间距（IQR）乘以因子 0.7413（因子 0.7413 是从“标准”正态分布中导出的）。而四分位间距是低四分位数值和高四分位数值的差值。
4. 稳健 CV，是变异系数，稳健 $CV = \frac{\text{标准化 IQR}}{\text{中位值}} \times 100\%$ 。
5. 最小值，是最低值，即 $X[1]$ 。
6. 最大值，是最高值，即 $X[N]$ 。
7. 极差，是最大值和最小值的差值。

其中最重要的统计量是中位值和标准化 IQR，它们是数据集中和分散的量度。中位值和标准化 IQR 是稳健的统计量，它们不受数据中离群值的影响。

2.2 统计样品对的结果

应使用基于稳健总计统计量的 Z 比分数（中位值和标准化 IQR）评价参加实验室的结果，对样品对 A 和 B 的结果进行统计需要计算两个 Z 比分数，即实验室间 Z 比分数（ZB）和实验室内 Z 比分数（ZW）。它们分别基于结果对的标准化和（S）和标准化差（D）。

$$S = \frac{(A+B)}{\sqrt{2}} \quad D = \frac{(A-B)}{\sqrt{2}} \quad (\text{D 保留正负号})$$

通过计算每个实验室的标准化和（S）和标准化差（D），可以得出所有 S 和 D 的中位值和标准化 IQR，随后计算实验室间 Z 比分数（ZB）和实验室内 Z 比分数（ZW）。

$$ZB = \frac{S - \text{中位值}(S)}{\text{标准化 IQR}(S)} \quad ZW = \frac{D - \text{中位值}(D)}{\text{标准化 IQR}(D)}$$

2.3 实验室结果评定

依据 Z 比分数（包括 ZB 和 ZW）评定实验室结果。Z 绝对值大于等于 3 的结果或结果对为离群值， $2 < |Z| < 3$

的结果或结果对为可疑值。对于均一对和分割水平对，一个正的实验室间离群（即 $ZB \geq 3$ ）表明该样品对的两个结果太高，一个负的实验室间离群值（即 $ZB \leq -3$ ）表明其结果太低，而实验室内离群值（即 $|ZW| \geq 3$ ）表明其两个结果间的差值太大。

可使用 Z 比分数序列图对实验室结果的统计情况进行解释，图中按照大小的顺序显示出每个实验室的 Z 比分数（ZB 或 ZW），并标出实验室编号，这样每个实验室都能够很容易地与其他实验室的结果进行比较。此外，较为常用还有尤登图。

需要注意的是，迟报结果和补测结果不参总体统计，但可根据第一次总体统计结果给出结果评价。

3. 本次能力验证测试及数据统计情况

这次“塑料包装材料阻隔性能测试——氧气透过量和水蒸气透过量的测试”能力验证采用“分割水平”样品设计，即将样品分为 A、B 两组，因此在进行数据统计时需要采用实验室间 Z 值（ZB）和实验室内 Z 值（ZW）进行数据判定。在本次能力验证项目中，一共有 69 家实验室参加氧气透过量测试（其中提供有效测试数据的有 61 家），有 67 家实验室参加水蒸气透过量测试（其中提供有效测试数据的有 66 家）。从参加实验室采用的测试方法汇总中可以看出，在进行样品透湿性检测时有 10 家实验室未采用称重法（其中有 6 家采用红外线传感器法，另外 4 家采用电解传感器法），在进行样品透氧性检测时有 16 家实验室未采用压差法（其中有 13 家采用等压法——氧传感法）。

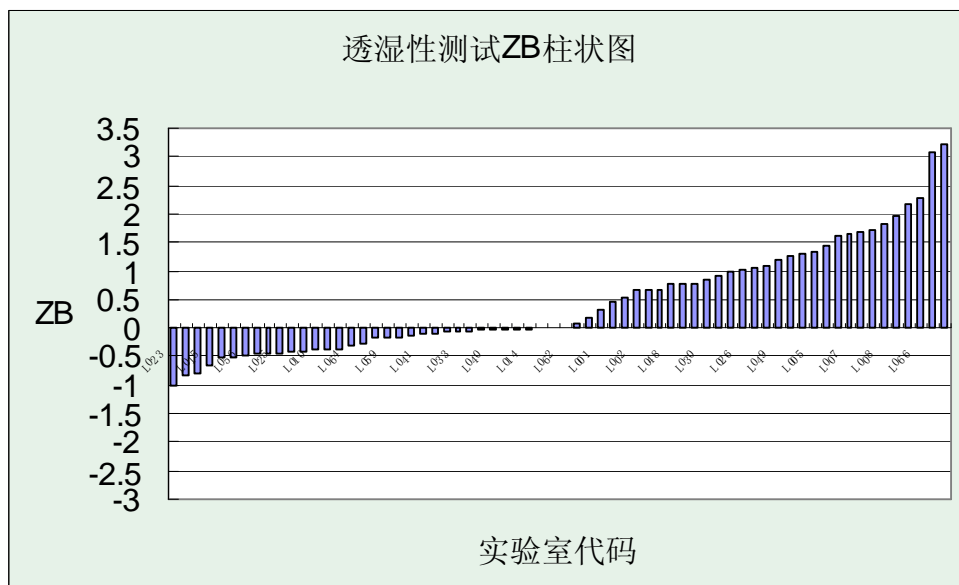


图 1. 透湿性测试 ZB 柱状图

图 1 是本次能力验证中第一次总体透湿性检测的实验室间数据 Z 比分数序列图，从图中可以清晰见到各参加实

济南兰光机电技术有限公司

中国济南市无影山路 144 号 (250031)

总机: (86) 0531 85864214 85953155

传真: (86) 0531 85812140

E-mail: labthink@labthink.cn

网址: <http://www.labthink.cn>

实验室的测试数据情况。其中有 2 家实验室被判定为实验室间离群，不过这两家实验室所采用的方法都不是本次能力验证的推荐使用方法——称重法。由于篇幅所限，透湿性测试的实验室内统计情况以及透气性测试的统计情况在此就不做介绍了。

分析第一次总体测试数据统计结果，没有一家采用基于称重法或压差法测试原理设备的实验室被判为实验室间离群，即设备的系统误差在国家认可的范围内。统计数据大大肯定了称重法和压差法的基础检测地位。