

实验室质量体系运行中的技术难点及解决方法

第四讲 测量结果离群值的判断

王承忠

(宝山钢铁股份有限公司 特殊钢分公司, 上海 200940)

Technology Difficulties and Solving Methods in Laboratory's Quality System Operations

Lecture No. 4 Judgement of Outlier of Measurement Result

WANG Cheng-zhong

(Special Steel Branch, Baoshan Iron & Steel Co., Ltd., Shanghai 200940, China)

中图分类号: N33; G482

文献标志码: A

文章编号: 1001-4012(2012)07-0457-04

1 检测和校准结果的统计检验

对于各种检测或校准,仅做一次试验和观测,取一个结果的情形是不多见的,因为这不可能与规定的重复性标准差做可接受性检验。只要做两次或两次以上的测量,结果之间就会有差异。为保证结果可靠,在写报告之前需要用统计方法检查结果之间的差异是否具有显著性差异,这主要涉及3个问题,一是正态样本中离群值的判断和处理;二是在重复性或再现性条件下所得测试结果的可接受性的检查和最终结果的确定;三是将测量结果与通过其他途径获得的结果进行比较,检查有无显著性差异,判断是否存在系统误差。

统计检验方法,概括地说就是在选定置信水平或显著性水平以后,先计算出观测值统计量的值,再与相应样本量下的统计量的临界值相比较的方法。当统计量的值不大于临界值时,表明测量结果无显著性差异,没有系统误差。若统计量的值大于临界值,意味着发生了小概率事件,具有显著性差异或系统误差。

实际的情况是多种多样的,统计检验的方法较多,不同方法有不同准则,适用于不同情况。测量人

员应根据实际情况选择适合的统计检验方法。

1.1 正态样本离群值的判断和处理

1.1.1 术语和定义

离群值:样本中的一个或几个观测值,它们离开其他观测值较远,暗示它们来自不同的母体。

统计离群值:在剔除水平下统计检验为显著的离群值。

岐离值:在检出水平下显著,但在剔除水平下不显著的离群值。

检出水平:为检出离群值而指定的统计检验的显著水平(除非根据 GB/T 4883—2008 达成协议的各方另有约定,标出水平 α 值应为 0.05)。

剔除水平:为检出离群值是否高度离群而指定的统计检验的显著水平(剔除水平 α^* 值应不超过检出水平 α 值,除非根据 GB/T 4883—2008 达成协议的各方另有约定, α^* 值应为 0.01)。

重复性限:数值 r ,在重复性条件下,两次测量所得结果之间的绝对差值不大于此数值的概率为 95%。

复现性限:数值 R ,在复现性条件下,两次测量所得结果之间的绝对差值不大于此数值的概率为 95%。

中位值:随机变量或它的概率分布的 0.5 分位数。即一组按大小顺序排列结果数值的中间值 (Median Value)。若 N 为奇数,则数列的 $1/2(N+1)$ 项为中间值。

收稿日期:2012-02-02

作者简介:王承忠(1941—),男,教授级高级工程师,中国合格评定国家认可委员会主任评审员,评审员教师。



1)位置的数值为中位值 x_M ;若 N 为偶数,则两个中心值的平均值 $1/2[X_{(N/2)} + X_{(N/2+1)}]$ 为中位值,即该数列的 x_M 。

1.1.2 离群值的判断

1.1.2.1 来源与判断

第一类离群值是总体固有的变异性的极端表现,这种异常值与样本中其余观测值属于同一总体。

第二类离群值是由于试验条件和试验方法的偶然偏离所产生的结果,或产生于观测、计算、记录中的失误,这类离群值与样本中其余观测值不属于同一总体。

对异常值的判定通常可根据技术上或物理上的理由直接进行,例如当试验者已经知道试验偏离了规定试验方法,或测试仪器发生问题等。当上述理由不明确时,可用 GB/T 4883—2008 规定的试验方法。

1.1.2.2 离群值的三种情形

在下述不同情形下判断样本中的离群值:

(1) 上侧情形:根据实际情况或以往经验,离群值都为高端值。

(2) 下侧情形:根据实际情况或以往经验,离群值都为低端值。

(3) 双侧情形:根据实际情况或以往经验,离群值可为高端值,也可为低端值。

上侧情形和下侧情形统称单侧情形。若无法认定单侧情形,按双侧情形处理。

1.1.2.3 检出离群值的个数的上限

应规定在样本中检出异常值的个数的上限(与样本量相比应较小),当检出离群值超过了这个上限时,对此样本应作慎重的研究和处理。

1.1.2.4 单个离群值情形

主要有以下不同情形:

(1) 依实际情况或以往经验选定,选定适宜的离群值检验规则。

(2) 确定适当的显著性水平。

(3) 根据显著性水平及样本量,确定检验的临界值。

(4) 由观测值计算相应统计量的值,根据所得值与临界值的比较结果作出判断。

1.1.2.5 判定多个离群值的规则

在允许检出离群值的个数大于 1 的情况下,重复使用 1.1.2.4 节规定的检验规则进行检验;若没有检出离群值,则整个检验停止;若检出离群值,当

检出的离群值超过上限时,检验停止,对此样本应慎重处理,否则,采用相同的检出水平和相同的规则,对除去已检出的离群值后余下的观测值继续检验。

1.1.3 离群值处理

1.1.3.1 处理方式

处理异常值的方式有:

(1) 保留异常值并用于后续的数据处理。

(2) 在找到实际原因时修正异常值,否则予以保留。

(3) 剔除异常值,不追加观测值。

(4) 剔除异常值,并追加适宜的观测值或用适宜的插补值代替。

1.1.3.2 处理规则

对检出的异常值,应尽可能寻找其技术上的、物理上的原因,作为处理异常值的依据。应根据实际问题的性质,以确定实施下述三个规则之一:

(1) 若在技术上或物理上找到了产生异常的原因,则应剔除或修正;若未找到产生它的物理上和技术上的原因,则不得剔除或进行修正。

(2) 若在技术上或物理上找到产生异常的原因,则应剔除或修正;否则,保留歧离值,剔除或进行修正统计离群值。若某次检出离群值为统计离群值,则此离群值及在它前面检出的离群值(含歧离值)都应被剔除或进行修正。

(3) 检出的离群值(含歧离值)都应被剔除或进行修正。

1.1.3.3 备案

被剔除或修正的观测值及其理由应予记录,以备查询。

1.1.4 已知标准差情形的离群值判断

1.1.4.1 一般原则

当已知总体标准差时,使用奈尔(Nair)检验法。奈尔检验法的样本量 $3 \leq n \leq 100$ 。

1.1.4.2 奈尔检验法判断离群值的规则

1) 上侧情形

(1) 计算出统计量 R_n 的值:

$$R_n = \frac{(x_{(n)} - \bar{x})}{\sigma}$$

$$\bar{x} = \frac{1}{n}(x_1 + x_2 + \dots + x_n) \quad (1)$$

式中 σ ——已知的总体标准差;

\bar{x} ——样本平均值。

(2) 确定检出水平 α ,在表 1 中查出临界值 $R_{1-\alpha}(n)$ 。



(3) 当 $R_n > R_{1-\alpha}(n)$ 时,判定最大值 $x_{(n)}$ 为离群值,否则判未发现 $x_{(n)}$ 是离群值。

(4) 对于检出的离群值 $x_{(n)}$,确定出剔除水平 α^* ,在表 1 中查出临界值 $R_{1-\alpha^*}(n)$,当 $R_n > R_{1-\alpha^*}(n)$ 时,判定歧离值 $x_{(n)}$ 为统计离群值,否则判未发现 $x_{(n)}$ 是统计离群值(即 $x_{(n)}$ 为歧离值)。

表 1 不同置信度(90%~99.5%)下
奈尔检验的临界值 $R_{1-\alpha}(n)$

Tab. 1 The critical value $R_{1-\alpha}(n)$ of Nair method test under different confidence(90%~99.5%)

n	90%	95%	97.5%	99%	99.5%
3	1.497	1.738	1.955	2.215	2.396
4	1.696	1.491	2.163	2.431	2.618
5	1.835	2.080	2.304	2.574	2.764
6	1.939	2.148	2.408	2.679	2.870
7	2.022	2.267	2.490	2.761	2.952
8	2.091	2.334	2.557	2.828	3.019
9	2.150	2.392	2.613	2.884	3.074
10	2.200	2.441	2.662	2.931	3.122
11	2.245	2.484	2.704	2.973	3.163
15	2.382	2.617	2.742	3.099	3.287
20	2.500	2.732	2.945	3.207	3.392
25	2.587	2.815	3.026	3.284	3.468
30	2.656	2.881	3.089	3.345	3.527
40	2.759	2.980	3.184	3.436	3.616
50	2.836	3.053	3.255	3.504	3.681
100	3.061	3.268	3.460	3.699	3.871

2) 下侧情形

(1) 计算出统计量 R'_n 的值:

$$R'_n = \frac{(\bar{x} - x_{(1)})}{\sigma} \quad (2)$$

(2) 确定检出水平 α ,在表 1 中查出临界值 $R_{1-\alpha}(n)$ 。

(3) 当 $R'_n > R_{1-\alpha}(n)$ 时,判定最小值 $x_{(1)}$ 为离群值,否则判未发现 $x_{(1)}$ 是离群值。

(4) 对于检出的离群值 $x_{(1)}$,确定出剔除水平 α^* ,在表 1 中查出临界值 $R_{1-\alpha^*}(n)$,当 $R'_n > R_{1-\alpha^*}(n)$ 时,判定歧离值 $x_{(1)}$ 为统计离群值,否则判未发现 $x_{(1)}$ 是统计离群值(即 $x_{(1)}$ 为歧离值)。

3) 双侧情形

(1) 计算出统计量 R_n 与 R'_n 的值。

(2) 确定检出水平 α ,在表 1 中查出临界值 $R_{1-\frac{\alpha}{2}}(n)$ 。

(3) 当 $R_n > R'_n$ 且 $R_n > R_{1-\frac{\alpha}{2}}(n)$ 时,判定最大值 $x_{(n)}$ 为离群值;当 $R'_n > R_n$ 且 $R'_n > R_{1-\frac{\alpha}{2}}(n)$ 时,判定最小值 $x_{(1)}$ 为离群值;否则判未发现离群值;当 $R_n = R'_n$ 时,同时对最大值和最小值进行检验。

(4) 对于检出的离群值 $x_{(1)}$ 或 $x_{(n)}$,确定剔除水平 α^* ,在表 1 中查出临界值 $R_{1-\frac{\alpha^*}{2}}(n)$,当 $R'_n > R_{1-\frac{\alpha^*}{2}}(n)$ 时,判定 $x_{(1)}$ 为统计离群值,否则判未发现 $x_{(1)}$ 是统计离群值(即 $x_{(1)}$ 为歧离值);当 $R_n > R_{1-\frac{\alpha^*}{2}}(n)$ 时,判定 $x_{(n)}$ 为统计离群值,否则判未发现 $x_{(n)}$ 为统计离群值(即 $x_{(n)}$ 为歧离值)。

1.1.5 未知标准差情形的离群值判断(限定检出离群值的个数不超过 1 时)

1.1.5.1 一般原则

在未知标准差的情形可使用格拉布斯(Grubbs)检验法和狄克逊(Dixon)检验法。可根据实际要求选定其中一种检验法。

1.1.5.2 格拉布斯检验法判断离群值的规则

1) 上侧情形

(1) 计算出统计量 G_n 的值:

$$G_n = \frac{(x_{(n)} - \bar{x})}{s} \quad (3)$$

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$$

式中 \bar{x}, s ——样本平均值和样本标准差。

(2) 确定检出水平 α ,在表 2 中查出临界值 $G_{1-\alpha}(n)$ 。

(3) 当 $G_n > G_{1-\alpha}(n)$ 时,判定 $x_{(n)}$ 为离群值,否则判未发现 $x_{(n)}$ 是离群值。

(4) 对于检出的离群值 $x_{(n)}$,确定出剔除水平 α^* ,在表 2 中查出临界值 $G_{1-\alpha^*}(n)$,当 $G_n > G_{1-\alpha^*}(n)$ 时,判定 $x_{(n)}$ 为统计离群值,否则判未发现 $x_{(n)}$ 是统计离群值(即 $x_{(n)}$ 为歧离值)。

2) 下侧情形

(1) 计算出统计量 G'_n 的值:

$$G'_n = \frac{(\bar{x} - x_{(1)})}{s} \quad (4)$$

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}}$$

(2) 确定检出水平 α ,在表 2 中查出临界值 $G_{1-\alpha}(n)$ 。

(3) 当 $G'_n > G_{1-\alpha}(n)$ 时,判定 $x_{(1)}$ 为离群值,否则判未发现 $x_{(1)}$ 是离群值。

(4) 对于检出的离群值 $x_{(1)}$, 确定剔除水平 α^* , 在表 2 中查出临界值 $G_{1-\alpha^*}(n)$, 当 $G'_n > G_{1-\alpha^*}(n)$ 时, 判定 $x_{(1)}$ 为统计离群值, 否则判未发现 $x_{(1)}$ 是统计离群值(即 $x_{(1)}$ 为岐离值)。

表 2 不同置信度(90%~99.5%)下
格拉布斯检验的临界值 $G_{1-\alpha}(n)$

Tab. 2 The critical value $G_{1-\alpha}(n)$ of Grubbs method test under different confidence (90%~99.5%)

n	90%	95%	97.5%	99%	99.5%
3	1.148	1.153	1.155	1.155	1.155
4	1.425	1.463	1.481	1.492	1.496
5	1.602	1.672	1.715	1.749	1.764
6	1.729	1.822	1.887	1.944	1.973
7	1.828	1.938	2.020	2.097	2.139
8	1.909	2.032	2.126	2.221	2.274
9	1.977	2.110	2.215	2.323	2.387
10	2.035	2.176	2.290	2.410	2.482
11	2.245	2.484	2.355	2.973	2.564
15	2.382	2.409	2.549	2.705	2.806
20	2.500	2.557	2.709	2.884	3.001
25	2.587	2.663	2.822	3.009	3.135
30	2.881	2.745	3.908	3.103	3.236
40	2.759	2.866	3.036	3.240	3.381
50	2.836	2.956	3.128	3.336	3.483
100	3.061	3.268	3.383	3.699	3.754

3) 双侧情形

(1) 计算出统计量 G_n 和 G'_n 的值。

(2) 确定检出水平 α , 在表 2 中查出临界值 $G_{1-\frac{\alpha}{2}}(n)$ 。

(3) 当 $G_n > G'_n$ 且 $G_n > G_{1-\frac{\alpha}{2}}(n)$ 时, 判定最大值 $x_{(n)}$ 为离群值; 当 $G'_n > G_n$ 且 $G'_n > G_{1-\frac{\alpha}{2}}(n)$ 时, 判定 $x_{(1)}$ 为离群值; 否则判未发现离群值; 当 $G_n = G'_n$ 时, 应重新考虑限定离群值的个数。

(4) 对于检出的离群值 $x_{(1)}$ 或 $x_{(n)}$, 确定剔除水平 α^* , 在表 2 中查出临界值 $G_{1-\frac{\alpha^*}{2}}(n)$, 当 $G'_n > G_{1-\frac{\alpha^*}{2}}(n)$ 时, 判定岐离值 $x_{(1)}$ 为统计离群值, 否则判

未发现 $x_{(1)}$ 为统计离群值(即 $x_{(1)}$ 为岐离值)。当 $G_n > G_{1-\frac{\alpha^*}{2}}(n)$ 时, 判定岐离值 $x_{(n)}$ 为统计离群值, 否则判未发现 $x_{(n)}$ 为统计离群值(即 $x_{(n)}$ 为岐离值)。

1.1.5.3 实例

对某种砖的抗压强度测试 10 个试样, 其数据经排列后为(单位为 MPa): 4.7, 5.4, 6.0, 6.5, 7.3, 7.7, 8.2, 9.0, 10.1, 14.0。经验表明这种砖的抗压强度服从正态分布, 检查这些数据中是否存在上侧离群值。

解: 对于该例, 样本量 $n=10$ 。经计算得平均值 $\bar{x}=7.89$, 标准差 $s=2.704$, 所以统计量为 $G_{10} = (x_{(10)} - \bar{x})/s = (14.0 - 7.89)/2.704 = 2.260$ 。

确定检出水平 α 为 0.05, 在表 2 中查得临界值 $G_{0.95}(10) = 2.176$ 。因为 $G_{10} > G_{0.95}(10)$, 所以判定 $x_{(10)} = 14.0$ 为离群值。

对于检出的这个离群值 $x_{(10)} = 14.0$, 如果确定剔除水平 α^* 为 0.01, 在表 2 中查出临界值 $G_{0.99}(10) = 2.410$, 因为 $G_{10} = 2.260 < G_{0.99}(10) = 2.410$, 所以判为未发现 $x_{(10)} = 14.0$ 是统计离群值(即 $x_{(10)} = 14.0$ 为岐离值)。

1.1.6 拉依达准则(即莱因达准则或 3σ 准则)

拉依达准则虽然未在 GB/T 4883-2008 中介绍, 但它是一种简便实用的近似做法。如果在一个观测列中仅含随机误差, 根据随机误差的正态分布规律, 其残余误差大于 $\pm 3\sigma$ 的概率仅有 0.27%。测量次数不多时不可能发生。因而, 拉依达准则认为凡残余误差超过 $\pm 3\sigma$ 的为过失误差。拉依达准则也称 3σ 准则。若总体标准差 σ 未知, 可用样本(子样)的试验标准差 s 代替。凡残余误差超出 $\pm 3s$ 者, 便判断为过失误差, 应予剔除。然后重新计算 s 值, 并重新判断其余剩下的观测值是否含有过失误差。

离群值的判断除了奈尔(Nair)检验、格拉布斯(Grubbs)检验、拉依达准则(3σ 准则)外, 还有狄克逊(Dixon)检验、偏度-峰度检验、肖维勒(Chauvenet)准则等, 可参照有关国家标准。

(未完待续)

(上接第 449 页)

[6] 周磊磊, 周灿栋, 林刚, 等. 双相不锈钢高温组织相含量的测定[J]. 理化检验-物理分册, 2006, 42(11): 554-557.
[7] 胡志勇, 杨成威, 姜敏, 等. Ti 脱氧钢含 Ti 复合夹杂物诱导晶内针状铁素体的原位观察[J]. 金属学报, 2011, 47(8): 971-977.

[8] 金熹高, 朱世雄, 贾世军, 等. 多组份高聚物体系多层形态观察的新方法: 激光共聚焦荧光显微技术[J]. 化学通报, 1999, 6: 34-39.
[9] 陶杰, 姚正军, 薛峰. 材料科学基础[M]. 北京: 机械工业出版社, 2006.
[10] 宋维锡. 金属学[M]. 北京: 冶金工业出版社, 2005.