



中华人民共和国国家标准

GB/T 20001.4—2015
代替 GB/T 20001.4—2001

标准编写规则 第 4 部分：试验方法标准

Rules for drafting standards—
Part 4: Test method standards

2015-09-11 发布

2016-01-01 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	I
引言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 总则	3
5 结构	3
6 要素的起草	4
6.1 标准名称	4
6.2 警示	5
6.3 范围	5
6.4 原理	5
6.5 试验条件	5
6.6 试剂或材料	5
6.7 仪器设备	6
6.8 样品	6
6.9 试验步骤	7
6.10 试验数据处理	8
6.11 精密度和测量不确定度	8
6.12 质量保证和控制	9
6.13 试验报告	9
6.14 特殊情况	9
附录 A (规范性附录) 适用于化学分析试验方法的编写细则	10
A.1 化学品命名	10
A.2 原理	10
A.3 试剂或材料	10
附录 B (资料性附录) 精密度条款表述形式的示例	12
附录 C (资料性附录) 从实验室间试验结果得到的统计数据和其他数据	14
参考文献	15

前 言

GB/T 20001《标准编写规则》、GB/T 1《标准化工作导则》、GB/T 20000《标准化工作指南》、GB/T 20002《标准中特定内容的起草》和 GB/T 20003《标准制定的特殊程序》共同构成支撑标准制修订工作的基础性系列国家标准。

GB/T 20001《标准编写规则》拟分为如下部分：

- 第 1 部分：术语标准；
- 第 2 部分：符号标准；
- 第 3 部分：分类标准；
- 第 4 部分：试验方法标准；
- 第 5 部分：规范标准；
- 第 6 部分：规程标准；
- 第 7 部分：指南标准；

……

- 第 10 部分：产品标准。

本部分为 GB/T 20001 的第 4 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 20001.4—2001《标准编写规则 第 4 部分：化学分析方法》。与 GB/T 20001.4—2001 相比，结构做了较大调整，将 GB/T 20001.4—2001 附录 A 的化学分析方法标准编写细则中试验方法的共性内容调整至正文，作为第 6 章。除编辑性修改外，主要技术变化如下：

- 修改了标准的适用范围(见第 1 章,2001 年版的第 1 章)；
- 增加了针对同一特性存在多种试验方法的情况下，试验方法标准编制的原则(见 4.2)；
- 修改要素“警告”为“警示”(见 6.2,2001 年版的 A.4)；
- 修改了要素“范围”的起草规则(见 6.3,2001 年版的 A.5)；
- 增加了要素“试验条件”的起草规则(见 6.5)；
- 修改要素“仪器”为“仪器设备”，并修改了相对应的起草规则(见 6.7,2001 年版的 A.11)；
- 修改要素“采样”为“样品”，并修改了相对应的起草规则(见 6.8,2001 年版的 A.12、A.13.2 和 A.13.6)；
- 修改要素“分析步骤”为“试验步骤”，并修改了相对应的起草规则(见 6.9,2001 年版的 A.13.1、A.13.3、A.13.4、A.13.5、A.13.6 和 A.13.7)；
- 修改要素“结果计算”为“试验数据处理”，并修改了相对应的起草规则(见 6.10,2001 年版的 A.14)；
- 增加了测量不确定度的起草规则(见 6.11.2)。

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这些专利的责任。

本部分由全国标准化原理与方法标准化技术委员会(SAC/TC 286)提出并归口。

本部分起草单位：中国标准化研究院、深圳市华测检测技术股份有限公司、机械工业仪器仪表综合技术经济研究所。

本部分主要起草人：杜晓燕、逢征虎、白殿一、刘泽华、欧阳劲松、刘慎斋、陆锡林、王春喜、张珺。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 1.4—1988；
- GB/T 20001.4—2001。

引 言

试验方法标准是给出测定材料、部件、成品等的特性值、性能指标或成分的步骤以及得出结论的方式的标准。试验方法标准化是将试验方法作为标准化对象,建立测定指定特性或指标的试验步骤和结果计算规则,以为试验活动和过程提供指导。试验方法标准的目的是促进相互理解。试验方法标准在文本形式上具有典型的结构,特定的要素构成以及相应的内容表述规则,其主要技术要素包括仪器设备、样品、试验步骤、试验数据处理和试验报告等。

试验方法是分析方法、测量方法等的统称。实践中,对材料、部件、成品等的指定特性或指标的测定可能涉及化学和光谱化学分析、机械和电工试验、风化试验、燃烧试验、辐射照射试验等多种不同类型的试验。而 GB/T 20001.4—2001《标准编写规则 第4部分:化学分析方法》仅规定了以化学分析方法为标准化对象的标准的编写规则,适用范围有限,因此需要修订。本次修订将试验方法标准作为独立的一类标准考虑,对其建立明晰的编写规则,以便普适性地指导各层次标准中试验方法标准的编写,从而保障标准要素的协调统一,提高标准的整体编写质量。

标准编写规则

第 4 部分：试验方法标准

1 范围

GB/T 20001 的本部分规定了试验方法标准的结构以及原理、试验条件、试剂或材料、仪器设备、样品、试验步骤、试验数据处理、试验报告等内容的起草规则。

本部分适用于各层次标准中试验方法标准的编写。

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。

GB/T 1.1 标准化工作导则 第 1 部分：标准的结构和编写

GB/T 3358(所有部分) 统计学词汇及符号

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)

GB/T 20000.1 标准化工作指南 第 1 部分：标准化和相关活动的通用术语

3 术语和定义

GB/T 3358、GB/T 20000.1 界定的术语和定义适用于本文件。为了便于使用，以下重复列出了其中的主要相关术语和定义。

3.1

试验方法标准 test method standard

试验标准 testing standard

在适合指定目的的精密度范围内和给定环境下，全面描述试验活动以及得出结论的方式的标准。

注 1：试验方法标准有时附有与测试有关的其他条款，例如取样、统计方法的应用、多个试验的先后顺序等。

注 2：适当时，试验方法标准可说明从事试验活动需要的设备和工具。

[GB/T 20000.1—2014, 定义 7.5, 修改——增加了优先术语“试验方法标准”]

3.2

正确度 trueness

测试结果或测量结果期望与真值的一致程度。

注 1：正确度的度量通常用偏倚表示。

注 2：正确度有时被称为“均值的准确度”，但不推荐这种用法。

注 3：在实际中，真值用接受参考值代替。

[GB/T 3358.2—2009, 定义 3.3.3]

3.3

精密度 precision

在规定条件下，所获得的独立测试/测量结果间的一致程度。

注 1：精密度仅依赖于随机误差的分布，与真值或规定值无关。

注 2：精密度的度量通常以表示“不精密”的术语来表达，其值用测试结果或测量结果的标准差来表示。标准差越大，精密度越低。

注 3: 精密度的定量度量严格依赖于所规定的条件, 重复性条件和再现性条件为其中两种极端情况。

[GB/T 3358.2—2009, 定义 3.3.4]

3.4

准确度 accuracy

测试结果或测量结果与真值间的一致程度。

注 1: 在实际中, 真值用接受参考值代替。

注 2: 术语“准确度”, 当用于一组测试或测量结果时, 由随机误差分量和系统误差分量即偏倚分量组成。

注 3: 准确度是正确度和精密度的组合。

[GB/T 3358.2—2009, 定义 3.3.1]

3.5

重复性 repeatability

重复性条件下的精密度。

注: 重复性可以用结果的离散特性来定量表示。

[GB/T 3358.2—2009, 定义 3.3.5]

3.6

重复性条件 repeatability conditions

为获得独立测试/测量结果, 由同一操作员按相同的方法、使用相同的测试/测量设施、在短时间间隔内对同一测试/测量对象进行测试/测量的观测条件。

注: 重复性条件包括:

- 相同的测量程序或测试方法;
- 同一操作员;
- 在同一条件下使用同一测量或测试设施;
- 同一地点;
- 在短时间间隔内的重复。

[GB/T 3358.2—2009, 定义 3.3.6]

3.7

重复性限 repeatability limit

r

指定概率为 95% 的重复性临界差。

[GB/T 3358.2—2009, 定义 3.3.9]

3.8

再现性 reproducibility

再现性条件下的精密度。

注 1: 再现性可以用结果的离散特性来定量表示。

注 2: 结果通常理解为已修正的结果。

[GB/T 3358.2—2009, 定义 3.3.10]

3.9

再现性条件 reproducibility conditions

由不同的操作员按相同的方法, 使用不同的测试或测量设施, 对同一测试/测量对象进行观测以获得独立测试/测量结果的观测条件。

[GB/T 3358.2—2009, 定义 3.3.11]

3.10

再现性限 reproducibility limit

R

指定概率为 95% 的再现性临界差。

[GB/T 3358.2—2009, 定义 3.3.14]

4 总则

4.1 试验方法标准的结构和编写规则及编排格式应符合 GB/T 1.1 的规定。

4.2 针对同一特性的测定,由于适用的产品不同,基于的测试技术不同等原因需要多种试验方法时,宜将每种试验方法作为单独的标准或单独的部分予以编制。

4.3 试验方法应能够确保试验结果的准确度在规定的要求范围内。必要时,试验方法应包含关于试验结果准确度限值的陈述。

5 结构

试验方法标准的必备要素包括:封面、前言、标准名称、范围、仪器设备、样品、试验步骤、试验数据处理。

试验方法标准中各要素的典型编排以及每个要素所允许的表述形式见表 1。编写标准时,可根据试验方法的特点选择表 1 中的有关要素。试验方法标准还可视情况包含表 1 之外的其他规范性技术要素,例如,化学分析方法标准还可包含化学品命名、反应式等其他规范性技术要素。仅适用于化学分析方法标准的规范性技术要素及其编写规则见附录 A。

表 1 试验方法标准中要素的典型编排

要素类型	要素 ^a 的编排	要素所允许的表述形式 ^a
资料性概述要素	封面	文字(标示标准的信息)
	目次	文字(自动生成的内容)
	前言	条文 注 脚注
	引言	条文 图 表 注 脚注
规范性一般要素	标准名称	文字
	警示	文字
	范围	条文 图 表 注 脚注
	规范性引用文件	文件清单(规范性引用) 注 脚注

表 1 (续)

要素类型	要素 ^a 的编排	要素所允许的表述形式 ^a
规范性技术要素	术语和定义 原理 试验条件 试剂或材料 仪器设备 样品 试验步骤 试验数据处理 精密度和测量不确定度 质量保证和控制 试验报告 特殊情况 …… 规范性附录	条文 图 表 注 脚注 公式
资料性补充要素	资料性附录	条文 图 表 注 脚注 公式
规范性技术要素	规范性附录	条文 图 表 注 脚注 公式
资料性补充要素	参考文献	文件清单(资料性引用) 脚注
	索引	文字
注：表中各类要素的前后顺序即其在标准中所呈现的具体位置。		
^a 黑体表示“必备的”；正体表示“规范性的”；斜体表示“资料性的”。		

6 要素的起草

6.1 标准名称

试验方法标准的名称通常由三种要素组成：试验方法适用的对象、所测的指定特性、试验方法的性质。

示例 1：工业用轻烯烃 痕量氯的测定 威克鲍尔德(Wickbold)燃烧法

若试验方法标准用于检测多种特性，则标准名称宜使用省略指定特性和试验方法性质的通用名称。

示例 2：丁基橡胶药用瓶塞 通用试验方法

当针对同一特性,标准中包含多个独立试验方法时,标准名称中宜省略有关试验方法性质的表述。

示例 3:硫化橡胶或热塑性橡胶 密度的测定

6.2 警示

所测试的样品、试剂或试验步骤,如对健康或环境可能有危险或可能造成危害,应指明所需的注意事项,以引起试验方法标准使用者的警惕。表达警示要素的文字应使用黑体字。如果危险:

——属于一般性的或来自于所测试的样品,则应在正文首页标准名称下给出;

——来自于特定的试剂或材料,则应在“试剂或材料”标题下给出;

——属于试验步骤所固有的,则应在“试验步骤”的开始给出。

示例:(在标准正文首页标准名称下使用黑体字给出如下文字)

警示——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

6.3 范围

范围应简明地指明拟测定的特性,并特别说明所适用的对象。必要时,可指出标准不适用的界限或存在的各种限制。

针对同一对象的同一特性,且基于同一基本测试技术,有时需要在标准中包含不止一种试验方法,例如,由于待测成分在样品中的含量不同或对测定的准确度有不同的要求,应在“范围”中清楚地指明所列方法的各自不同的适用界限或适用的检验类型,并将每种方法安排在各自独立的章中。

如果适用,范围还应包括使用的试验技术(例如,气相色谱分析法)以及进行试验的场所(例如实验室、现场或在线等)。

6.4 原理

必要时,“原理”可用于指明试验方法的基本原理、方法性质和基本步骤。

6.5 试验条件

如果试验方法受到试验对象本身之外的试验条件的影响,如温度、湿度、气压、风速、流体速度、电压和频率等,则应在“试验条件”中明确指明开展试验所需的条件要求。

示例 1:温度:23 ℃±2 ℃;相对湿度:25%~75%。

示例 2:进行水上试验的水域,应满足下列要求:

——试验时风速不大于 5 m/s;

——试验水域水温不高于 32 ℃。

6.6 试剂或材料

6.6.1 “试剂或材料”通常包括可选的引导语和详述试验中所使用的试剂和/或材料的清单。清单中的试剂和/或材料是在试验过程中使用的试剂和/或材料,其名称后同一行上紧跟着对该试剂和/或材料主要特性的描述(例如,浓度、密度等)。如果需要,应标示试剂纯度的级别。如果有,宜给出相应的化学文摘登记号。

6.6.2 应清楚地指出以市售形态使用的试剂和/或材料,并给出识别它们所需的详细说明(例如,化学名称、浓度、化学文摘登记号等)。

6.6.3 “试剂或材料”中所列的试剂和/或材料应顺序编号,以便于标识。编排的先后次序如下:

——以市售形态使用的试剂或材料(不包括溶液);

——溶液和悬浮液(不包括标准滴定溶液和标准溶液);

- 标准滴定溶液和标准溶液；
- 指示剂；
- 辅助材料(干燥剂等)。

6.6.4 依照惯例,水溶液不应作为试剂和/或材料专门列出。

6.6.5 不应列出仅在制备某试剂和/或材料过程中所使用的试剂和/或材料。

6.6.6 如果需要,应在单独的段中特别指明贮存这些试剂和/或材料的注意事项和贮存期。

6.7 仪器设备

6.7.1 “仪器设备”应列出在试验中所使用的仪器设备的名称及其主要特性。如果适宜,应提及有关实验室的玻璃器皿和仪器的国家标准和其他适用的标准。特殊情况下,“仪器设备”还应提出仪器、仪表的计量检定、校准要求。

示例 1:“4.1 单刻线移液管,容量 50 mL,GB/T 12808 A类。”

示例 2:“试验所用的测量仪器、仪表应经过计量检定机构的检定合格,并在有效期内。进入试验场后进行计量复查,复查合格后给出准用证。”

6.7.2 对于非市售的仪器设备,还应包括这类仪器设备的规格和要求,以便其他各方能进行对比试验。对于特殊类型的仪器设备及其安装方法,如果仪器设备制备要求的内容较多,则宜在附录中给出,正文中宜列出仪器设备的必要特性,并辅以简图或插图。所列的仪器设备的名称应顺序编号,以便标识。

6.8 样品

6.8.1 “样品”应给出制备样品的所有步骤(例如,研磨、干燥等),明确试验前样品应满足的条件,例如,尺寸及数量、技术状态、特性(如粒度分布、质量或体积)、储存条件要求等,必要时,还应给出储存样品用的容器的特性(如材质、容量、气密性等)。当需要某特定形状的样品时,应注明包括公差在内的主要尺寸。“样品”也可辅以显示样品详细信息的示意图。

6.8.2 宜使用祈使句对人工采集样品给出必要指导。若试验结果是针对不同样品试验的组合,则需对如何采集样品进行特别描述。如果适用,采集样品的方法宜直接引用相关现行标准。如果没有相关现行标准,“样品”可包括采集样品的方案和步骤。此外,采集样品还宜对短缺样品的保存及检测准备工作给予必要指导。

6.8.3 如果适宜,“样品”还应陈述或用公式表示称量或量取样品的的方法(例如,使用移液管)和样品的质量或体积及所需的测量准确度。

示例 1:“称取 5 g 样品,精确到 1 mg”。

示例 2:“称取约 2 g 样品,精确到 1 mg”。

示例 3:“称取 1.9 g~2.1 g 样品,精确到 1 mg”。

示例 4:“用移液管量取 10 mL 样品溶液”。

示例 5:“量取 10 mL±0.05 mL 样品溶液”。

示例 6:“ $m=5\text{ g}\pm 1\text{ mg}$ ”。

示例 7:“ $m=(5\pm 0.001)\text{ g}$ ”。

6.8.4 试验过程中,如有必要保留某一试验步骤得到的产物(例如,滤液、沉淀或残余物)作为以后某试验步骤的“样品”,则应予以明确说明,并用大写拉丁字母标识该“样品”,当以后的试验过程中用到它时,便于识别。

示例 1:“保留滤液 C,用于钠含量的测定”。

如果样品是其他试验步骤的产物(例如,滤液、沉淀、残余物),则应使用大写拉丁字母清楚地标识其来源。

示例 2:“溶液 A——由测定硫酸钙得到的滤液 C”。

6.8.5 “样品”也可以是整体产品、半成品或部件,如移动通信手机、广播电视接收机、改装的半成

品等。

6.9 试验步骤

6.9.1 通则

6.9.1.1 试验步骤包括试验前的准备工作和试验中的实施步骤。要进行多少个操作或系列操作，“试验步骤”就可分为多少条。如果试验的步骤很多，可将条进一步细分，逐条给出规定的试验步骤，包括必不可少的预操作在内。

6.9.1.2 试验步骤中的操作或系列操作应按照逻辑次序分组。为了便于陈述、理解和应用试验步骤，每一步操作应使用祈使句准确地陈述，并在适当的条或段中以容易阅读的形式陈述有关的试验步骤。

6.9.1.3 当给出备选步骤时，应阐明与主选步骤的相互关系，即哪个是优选步骤，哪个是仲裁步骤。

6.9.1.4 如果在试验步骤中可能存在危险(例如，爆炸、着火或中毒)，且需要采取专门防护措施，则应在“试验步骤”的开头用黑体字标出警示的内容，并写明专门的防护措施。

6.9.1.5 必要时，可在附录中给出有关安全措施和急救措施的细节。

6.9.1.6 试验步骤中试剂或材料名称后的括号内可写上相应的编号，以避免重复这些试剂或材料的特性。如果不会引起混淆，则不必每次重复相应的编号。

6.9.1.7 试验步骤中仪器设备名称后的括号内可写上相应的编号，以避免重复这些仪器设备的特性。如果不会引起混淆，则不必每次重复相应的编号。

6.9.2 校准仪器

如果需要使用校准过的仪器，则应在“试验步骤”中适当的位置单独设立一条，以祈使句给出校准的详细步骤，并编制校准曲线或表格以及使用说明。

如果需要，还应包括校准频率(例如，批量测试时)。如果有关校准的详细步骤与试验步骤完全或部分相同时，那么校准的详细步骤应引用相应的试验步骤。

示例：“……以下按 9.3.4~9.3.8 步骤进行。”

6.9.3 试验

6.9.3.1 预试验或验证试验

“预试验”或“验证试验”应陈述组装后仪器功能的验证。

如果必要，应对所用仪器做一次预先检查(例如，检查气相色谱仪的性能特性)，或用有证书的标准物质(标准样品)、合成样品或已知纯度的天然产品验证试验方法的有效性。“预试验或验证试验”中应给出进行这一验证需要的所有细节。

6.9.3.2 空白试验

如果需要空白试验，则应指明进行空白试验的所有条件。

空白试验应与测试平行进行，并采用相同的试验步骤，取相同量的所有试剂，但不加样品。

在某些情况下，不加样品可能导致空白试验的条件与实际测试的条件不同，而影响试验方法的应用。在这种情况下，应说明这些差异以及所需进行的调整。

6.9.3.3 比对试验

如果需要考虑或消除某种现象的干扰(例如，“背景”颜色、本底噪声)，应给出一个适当的比对试验，包括试验步骤的所有细节。

6.9.3.4 平行试验

如适用,在测试的开头陈述:“平行做两份试验”。

6.10 试验数据处理

6.10.1 “试验数据处理”应列出试验所要录取的各项数据。

6.10.2 “试验数据处理”应给出试验结果的表示方法或结果计算方法,应说明以下内容:

- 表示结果所使用的单位;
- 计算公式;
- 公式中使用的物理量符号的含义;
- 表示量的单位;
- 计算结果表示到小数点后的位数或有效位数。

如果某种符号代表同一个量的不同含义时,应将阿拉伯数字下标(0,1,2,…)加到符号上(例如: m_0, m_1, m_2)。

示例 1:某物质的碱度测定采用滴定法,以盐酸标准滴定溶液作滴定剂。盐酸的浓度 $c(\text{HCl})=0.2 \text{ mol/L}$ 。

计算方法如下:

碱度以氢氧化钾(KOH)的质量分数 ω_a 计,数值以毫克每克(mg/g)表示,按下列公式计算:

$$\omega_a = \frac{VcM}{m}$$

式中:

V ——盐酸标准滴定溶液(给出“试剂或材料”中的相关编号)的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——盐酸标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——氢氧化钾的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=56.109$);

m ——样品的质量的数值,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位。

示例 2:某物质的碱度测定采用滴定法,以盐酸标准滴定溶液作滴定剂。盐酸的浓度 $c(\text{HCl})=0.2 \text{ mol/L}$ 。

计算方法如下:

碱度以氢氧化钾(KOH)的质量分数 ω_a 计,按下列公式计算:

$$\omega_a = \frac{(V/1\ 000)cM}{m} \times 100\%$$

式中:

V ——盐酸标准滴定溶液(给出“试剂或材料”中的相关编号)的体积的数值,单位为毫升(mL);

c ——盐酸标准滴定溶液浓度的准确数值,单位为摩尔每升(mol/L);

M ——氢氧化钾的摩尔质量的数值,单位为克每摩尔(g/mol)($M=56.109$);

m ——样品的质量的数值,单位为克(g)。

计算结果表示到小数点后两位。

6.11 精密度和测量不确定度

6.11.1 精密度

对于经过实验室间试验的方法,应指明其精密度数据(例如,重复性和再现性)。精密度数据应按照 GB/T 6379 的有关部分或其他适用的标准计算。

应清楚地表明,精密度是用绝对项还是用相对项表示的。

精密度条款表述形式的示例,参见附录 B。

应在附录中给出从实验室间试验结果得到的统计数据和其他数据,示例参见附录 C。

6.11.2 测量不确定度

测量不确定度是表征使用试验方法所得的单个试验结果或测量结果的分散性的参数。适宜时,可给出测量不确定度。然而,试验方法不适于也无义务提供确切值以供使用者估算不确定度。

测量不确定度应以使用试验方法所得的实验室报告结果中收集到的数据为基础估算,并可与试验结果或测量结果一起报告。

“测量不确定度”应包括用于估算试验结果或测量结果不确定度的指导内容。进行不确定度估算宜考虑不确定度的潜在影响因素、每一影响因素的变量如何计算以及如何对它们进行组合。如果仅作为参考,则有关测量不确定度的内容可在资料性附录中给出。

6.12 质量保证和控制

“质量保证和控制”应说明质量保证和控制的程序。应给出有关控制样品、控制频率和控制准则等内容,以及当过程失控时,应采取的措施。使方法处于受控状态的最佳途径之一是使用控制图。

6.13 试验报告

试验报告至少应给出以下几个方面内容:

- 试验对象;
- 所使用的标准(包括发布或出版年号);
- 所使用的方法(如果标准中包括几个方法);
- 结果;
- 观察到的异常现象;
- 试验日期。

6.14 特殊情况

“特殊情况”应包括测试的样品中是否因含有特殊成分而需对试验步骤作出的各种修改。每种特殊情况应给出不同的小标题。

修改试验方法的内容应包括以下方面:

- 修改后试验方法的原理,包括对于一般试验步骤原理的必要修改,或陈述新试验步骤的原理。
- 如果需要对一般采集样品的方法进行修改,则应说明新的采集样品的方法。
- 新试验步骤或修改的说明。如果只给出修改内容,则有必要指明每个修改在一般步骤中的具体位置。简便方法为:指明未修改的步骤的最后一段(必要时重复最后一句或部分句子),然后给出修改,最后指明紧跟在修改之后的第一个未修改的段落(必要时重复其第一句或部分句子)。
- 适用于修改后的或附加的试验步骤的计算方法。

附录 A

(规范性附录)

适用于化学分析试验方法的编写细则

A.1 化学品命名

化学品命名宜采用《无机化学命名原则》和《有机化学命名原则》的规定。(这两个文件是根据“国际理论化学与应用化学联合会”制定的关于高纯度化学品命名及其名称的拼写和印刷规定而制定的。)如有这些化学品名称的化学文摘登记号也宜给出。当某种试剂第一次出现时,如有俗名宜写在根据《无机化学命名原则》和《有机化学命名原则》提出的命名的后面,并用圆括号括起。在正文的其余部分,使用根据《无机化学命名原则》和《有机化学命名原则》提出的命名或俗名均可,但应只使用一种,不应混用。

尽管商品名或商标名使用较普遍,也应尽可能避免使用。

对于市售化学品(工业用基本化学品),宜在标准的名称和“范围”一章给出其俗名;而相应的根据《无机化学命名原则》和《有机化学命名原则》提出的命名宜写在俗名后的圆括号中,以后仅使用俗名。

化学品符号的使用应只限于化学分子式和指明以化学分子式表示的物质的量的符号,例如 $c(\text{H}_2\text{SO}_4)$ 。在行文中应给出化学品的全称。

A.2 原理

“原理”应符合 6.4 的要求。此外,考虑到对文本理解和计算的需要,化学分析试验方法标准中“原理”还应给出主要反应式,如适宜,以离子反应式表示。

给出这些反应式仅仅为了指导,并不试图解决任何有争议的问题。特别是在被测元素的氧化态相继发生若干变化时,这些反应式可以说明利用测试得到的数据进行的计算是正确的,也可以帮助更好地理解测试方法。

当涉及滴定分析时,反应式对于表示每摩尔反应物之间的摩尔比是十分有用的。

A.3 试剂或材料

A.3.1 通则

A.3.1.1 如适宜,“试剂或材料”应用下面一段引导语(或将下面的导语适当修改)作为开头:

“除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。”

例如,当需要使用按 GB/T 6682 所规定级别的水时,用下列表述:

“除非另有规定,仅使用分析纯试剂。

5.1 水,GB/T 6682,×级。”

A.3.1.2 如果需要标准滴定溶液或其他标准溶液,其制备方法应在“试剂或材料”中说明,必要时还应说明其标定方法。

A.3.1.3 如果所用试剂使用通用的制备和核验方法,已制定成标准,则应引用这些标准。

A.3.1.4 如果要验证试剂中不含干扰成分,应给出为此所采用的试验细节。

A.3.1.5 对于以市售形态使用的固体试剂或材料应写明结晶水。

A.3.2 确定了浓度的溶液

A.3.2.1 常用标准溶液

A.3.2.1.1 标准滴定溶液

标准滴定溶液是已知准确浓度的用于滴定分析的溶液。此种溶液的浓度应表示为物质的量浓度，单位为摩尔每升(mol/L)或摩尔每立方米(mol/m³)。

浓度的数值应用整数(例如,1 mol/L,2 mol/m³)或小数(例如,0.1 mol/L,0.06 mol/m³)表示。符号为 c [例如, $c(\text{CuSO}_4)=0.1 \text{ mol/L}$]。

A.3.2.1.2 基准溶液¹⁾

基准溶液是用于标定其他溶液的作为基准的溶液。此种溶液的浓度应按标准滴定溶液中所述的相同方法表示(见 A.3.2.1.1)。

A.3.2.1.3 标准溶液

标准溶液是由用于制备该溶液的物质而准确知道某种元素、离子、化合物或基团浓度的溶液。此种溶液的浓度应用克每升(g/L)或其分倍数表示。

A.3.2.1.4 标准比对溶液²⁾

标准比对溶液是已知或已确定有关特性(如色度、浊度)的并用于评定试验溶液各项特性的溶液。此种溶液的浓度应按 A.3.2.1.1、A.3.2.1.2 或 A.3.2.1.3 所示方法表示。

A.3.2.2 其他溶液

A.3.2.2.1 如果溶液的浓度是以质量分数或体积分数给出的,应用毫克每千克(mg/kg)、克每克(g/g)、毫升每升(mL/L)或其分倍数表示。

A.3.2.2.2 如果浓度以质量浓度给出,则浓度应以克每升(g/L)或其分倍数表示。

A.3.2.2.3 如果溶液由另一种特定溶液稀释配制,应按下列惯例表示:

——“稀释 $V_1 \rightarrow V_2$ ”表示,将体积为 V_1 的特定溶液稀释为总体积为 V_2 的最终混合物;

——“ $V_1 + V_2$ ”表示,将体积为 V_1 的特定溶液加入到体积为 V_2 的溶剂中。

“ $V_1 : V_2$ ”或“ V_1/V_2 ”的表示方法会引起不同的理解,应避免使用。

同样,也不应采用习惯上使用的与上述不同的溶液单位(例如,“过氧化氢,12 体积”)。

1) 它由第一标准物质制备或用一些其他方法标定过。许多能用于制备标准溶液的基准溶液市场有售。

2) “标准比对溶液”这个术语仅用于此类溶液的统称,其每个溶液通常用适当的形容词精确地定义(例如,“标准比色溶液”“标准比浊溶液”)。它可由标准滴定溶液、基准溶液、标准溶液或具有所需特性的其他溶液制备。

附 录 B (资料性附录)

精密度条款表述形式的示例

示例 1~示例 4 给出了重复性条件下精密度条款的表述形式。示例 5~示例 7 给出了再现性条件下精密度条款的表述形式。

在重复性条件下,当精密度用绝对项表示时,精密度条款的表述形式见示例 1;当精密度用相对项表示时,精密度条款的表述形式见示例 2;当精密度与分析浓度有关时,精密度条款的表述形式见示例 3 和示例 4。

示例 1:

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于……,以大于……的情况不超过 5%为前提。

示例 2:

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的……%,以大于这两个测定值的算术平均值的……%的情况不超过 5%为前提。

示例 3:

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过 5%,重复性限(r)按下列方程式计算:

油中铜的含量:

$$r = 0.010 + 0.139 9 m$$

式中:

m ——两个测定值的平均值,单位为毫克每千克(mg/kg)。

示例 4:

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值的范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过重复性限(r),超过重复性限(r)的情况不超过 5%,重复性限(r)按以下数据采用线性内插法求得:

铜含量(mg/kg):	0.5	5.8	35.8
r (mg/kg):	0.06	0.8	3.6

注 1: 上述陈述可以更简短些,例如,示例 1 可陈述为:在重复性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于……,以大于……的情况不超过 5%为前提。

在再现性条件下,当精密度用绝对项表示时,精密度条款的表述形式见示例 5;当精密度用相对项表示时,精密度条款的表述形式见示例 6;当精密度与分析浓度有关时,精密度条款的表述形式见示例 7。

示例 5:

在不同的实验室,由不同的操作者使用不同的设备,按相同的测试方法,对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于……,以大于……的情况不超过 5%为前提。

示例 6:

在不同的实验室,由不同的操作者使用不同的设备,按相同的测试方法,对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的……%,以大于这两个测定值的算术平均值的……%的情况不超过 5%为前提。

示例 7:

在不同的实验室,由不同的操作者使用不同的设备,按相同的测试方法,对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的测定值,在以下给出的平均值的范围内,这两个测试结果的绝对差值不超过再现性限(R),超过再

现性限(R)的情况不超过 5%，再现性限(R)按以下数据采用线性内插法求得：

铜含量(mg/kg)： 0.5 5.8 35.8

R (mg/kg)： 0.2 2.6 11.6

注 2：上述陈述可以更简短些，例如，示例 5 可陈述为：在再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于……，以大于……的情况不超过 5%为前提。

附 录 C
(资料性附录)

从实验室间试验结果得到的统计数据和其他数据

可在资料性附录中列出从实验室间试验结果得到的统计数据和其他数据。即以数据表的形式列出对方法的合作研究结果进行统计分析得到的数据(下面给出了一个示例)。

在表格中可能不需要包括全部数据,但至少应包括以下资料:

- a) 试验结果可接受的实验室个数(即除了试验结果属界外值而被舍弃的实验室);
- b) 在每个测试样品中的被测定物的浓度的平均值;
- c) 重复性和再现性二者的标准差;
- d) 载有实验室间试验结果的引用文件。

测量方法的偏倚和确定其值时所用的参照值以及痕微量成分测定的回收率数据宜一并陈述。当偏倚随被测定物的浓度改变时,宜用表格形式给出平均值的数据、所确定的偏倚和测试中所用的参照值。

示例:

表 × 统计结果表

样品的标识	A	B	C
参加试验室的数目	32	32	32
可接受结果的数目	25	28	27
平均值/(g/100 g)	0.15	0.75	0.77
真值或可接受值/(g/100 g)	—	—	—
重复性标准差(s_r)	0.011	0.047	0.050
重复性变异系数	7.5%	6.2%	6.4%
重复性限(r)($2.8 \times s_r$)	0.031	0.14	0.14
再现性标准差(s_R)	0.022	0.15	0.13
再现性变异系数	15%	20%	17%
再现性限(R)($2.8 \times s_R$)	0.062	0.42	0.37

参 考 文 献

- [1] GB/T 533—2008 硫化橡胶或热塑性橡胶 密度的测定
 - [2] GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法
 - [3] GB/T 12808—1991 实验室玻璃仪器 单标线吸量管
 - [4] GB/T 19381—2003 丁基橡胶药用瓶塞通用试验方法
 - [5] GJB 0.1—2001 军用标准文件编制工作导则 第1部分：军用标准和指导性技术文件编写规定
 - [6] ISO 78-2:1999 Chemistry—Layouts for standards—Part 2: Methods of chemical analysis
-