

№ 1591

МОСКОВСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ
ИНСТИТУТ СТАЛИ и СПЛАВОВ
Технологический университет



Кафедра технологий материалов электроники

Батавин В.В.

Одобрено
методическим
советом института

ОСНОВЫ МЕТРОЛОГИИ

Учебное пособие

студентов специальностей 2001, 2002, 0710 и направления 5507

УДК 006.91 (075.8)

АННОТАЦИЯ

Пособие включает разделы метрологии, посвященные обеспечению единства измерений характеристик материалов электронной техники. В пособии изложены основные положения теории случайных ошибок, описаны способы статистической обработки результатов измерений и оценки показателей точности методик, содержатся практические рекомендации по метрологическому надзору за измерительной аппаратурой; а также приведены примеры по решению практических задач метрологии и для разъяснения основных метрологических терминов и определений.

Пособие призвано способствовать формированию у студентов знаний в области контроля качества материалов электронной техники.

© Московский государственный
институт стали и сплавов
(Технологический университет)
(МИСиС) 2001

СОДЕРЖАНИЕ

Введение	6
1. Метрологическое обеспечение производства	7
1.1. Организационные мероприятия	7
1.2. Технические мероприятия	7
1.3. Выполнения работ по метрологическому обеспечению	8
2. Классификация и содержание методов и методик измерений	10
2.1. Метод измерений и методика измерений	10
2.2. Классификация методов измерений по приемам использования физических принципов	11
2.3. Классификация методик измерений по области распространения	12
2.4. Содержание методик измерений	15
3. Показатели точности измерений	20
3.1. Основные положения теории случайных ошибок	20
3.2. Классификация ошибок измерений	21
3.3. Составляющие погрешности измерений	23
3.2. Способы выражения показателей точности измерений	25
4. Случайные величины	26
4.1. Дискретные и непрерывные случайные величины	26
4.2. Закон распределения дискретной случайной величины	27
4.3. Интегральная функция распределения непрерывной случайной величины	27
4.4. Функция плотности вероятности непрерывной случайной величины	31
5. Числовые характеристики случайных величин	35
5.1. Генеральная совокупность и выборка	35
5.2. Генеральная совокупность	36
6. Оценка характеристик генеральной совокупности случайных величин по характеристикам выборки	43
6.1. Числовые характеристики выборки	43
6.2. Числовые характеристики сгруппированной выборочной совокупности	47
6.3. Оценка генерального среднеквадратического отклонения по размаху выборки	53

7. Некоторые виды распределений случайной величины	56
7.1. Нормальное распределение	56
7.2. Распределение Стьюдента	61
7.3. Распределение Фишера	64
8. Статистические гипотезы и их проверка	67
8.1. Общие принципы проверки статистических гипотез	67
8.2. Критерии оценки статистической гипотезы	69
8.3. Рекомендации по выбору критического уровня значимости	74
8.4. Проверка гипотезы о равенстве математических ожиданий выборочных дисперсий	75
8.5. Проверка гипотезы о равенстве математических ожиданий выборочных средних	82
8.6. Проверка гипотезы об аномальности результатов наблюдений	91
9. Интервальная оценка параметров функции распределения	95
9.1. Доверительный интервал	95
9.2. Доверительный интервал для оценки математического ожидания нормального распределения при известном σ ...	96
9.3. Доверительный интервал для оценки математического ожидания нормального распределения при неизвестном σ	99
9.4. Случайная погрешность измерения	102
10. Образцовые меры для учета систематической погрешности ...	105
10.1. Стандартные образцы и их классификация	105
10.2. Контрольные образцы	106
10.3. Требования к стандартным и контрольным образцам	107
10.4. Аттестация стандартных и контрольных образцов	109
10.5. Порядок разработки, утверждения и регистрации стандартных образцов	112
10.6. Отбор и утверждение контрольных образцов	114
11. Аттестация методик измерений	115
11.1. Выбор образцов и плана контроля	115
11.2. Программа проведения измерений	116
11.3. Обработка результатов измерений	117
11.4. Определение интервала, в котором с заданной доверительной вероятностью находится случайная погрешность измерений	119

11.5. Определение интервала, в котором с заданной доверительной вероятностью находится систематическая погрешность измерений	120
11.6. Толерантные пределы	122
11.7. Запись и правила округления результата измерения	123
12. Поверка методик и измерительных средств	127
12.1. Сличение с помощью стандартных и контрольных образцов	128
12.2. Поверка средств измерений с помощью контрольной карты	129
13. Влияние погрешности измерений на оценку качества материалов	134
13.1. Риск потребителя и риск изготовителя	134
13.2. Учет погрешности измерений при контроле качества материалов	143
ЛИТЕРАТУРА	145
ПРИЛОЖЕНИЯ	146

ВВЕДЕНИЕ

Пособие подготовлено для обеспечения методической литературой нового курса по основам метрологии применительно к промышленности материалов электронной техники. Знания метрологии необходимы для осуществления надежного производственного контроля характеристик и обеспечения гарантий качества материалов.

Самым важным условием эффективного функционирования системы контроля качества является единство измерений. Пособие дает необходимые сведения о том, как достигается на практике единство измерений. Основное внимание уделено показателям точности методик измерений, описана практика аттестации методик, рассматриваются различные способы проверок и сличений измерительных средств.

В пособии обобщены отечественный и зарубежный опыт по стандартизации в области метрологического обеспечения производства материалов электронной техники. Автор использовал также свой многолетний опыт работы по контролю качества полупроводниковых материалов. При изложении практического курса основ метрологии использовались нормативно-методические документы Госстандарта РФ, отраслевые стандарты электронной промышленности. Были также использованы международные стандарты, разработанные Американским обществом испытаний и материалов – American Society Testing and Materials (ASTM) и Международной ассоциацией производителей полупроводниковых материалов и оборудования – Semiconductor Equipment Materials International (SEMI).

Приведенные в пособии примеры позволят студентам глубже понять основные положения теории ошибок, получить навык практического решения наиболее важных задач метрологии по математической обработке результатов измерений и оценке погрешностей, по способам проверки статистических гипотез, применению статистических методов сличения средств измерений и статистического контроля их стабильности.

В Приложении приведены статистические таблицы, позволяющие студентам решать различные задачи по обработке результатов измерений, которые могут возникать при выполнении практических занятий, курсовом и дипломном проектировании.

1. МЕТРОЛОГИЧЕСКОЕ ОБЕСПЕЧЕНИЕ ПРОИЗВОДСТВА

Основной целью метрологического обеспечения производства материалов электронной техники является обеспечение единства, требуемой точности и воспроизводимости результатов измерений.

Метрологическое обеспечение представляет собой комплекс организационных и технических мероприятий, направленных на создание эффективной системы контроля характеристик изделий и управления технологическим процессом для достижения высокого качества продукции.

1.1. Организационные мероприятия

Организационные мероприятия направлены на разработку организационно-методических документов и производственных процедур, к которым относятся:

- проведение входного контроля исходных материалов;
- организация постов контроля по технологическому маршруту и проведение межоперационного контроля изготавливаемой продукции;
- проведение выходного контроля выпускаемых изделий;
- проведение статистического контроля технологических процессов;
- проведение надзора за состоянием измерительной техники (поверка, калибровка, аттестация, статистический контроль);
- проведение надзора за состоянием технологического оборудования;
- организация мониторинга технологических процессов;
- обучение, повышение квалификации специалистов и рабочих.

1.2. Технические мероприятия

Технические мероприятия направлены на обеспечение производства инструктивно-производственными документами, к которым относятся:

- рабочие методики измерений по всей номенклатуре измеряемых параметров;
 - руководство по проведению аттестации методик измерения;
 - руководство по проведению поверки измерительных приборов;
 - руководство по проведению калибровки измерительных приборов;
 - планы контроля (входного, межоперационного и выходного) и приемочные критерии;
 - правила статистической оценки характеристик изделий на их соответствие требованиям спецификации;
 - правила статистического контроля технологических процессов;
 - стандартные методики измерений;
 - стандарты и руководящие материалы по всем вопросам метрологического обеспечения;
- и техническими средствами, к которым относятся:
- измерительные приборы;
 - средства поверки измерительных приборов;
 - средства калибровки измерительных приборов;
 - измерительные средства и датчики для контроля эксплуатационных характеристик и режимов функционирования технологического оборудования;
 - образцовые средства измерений, стандартные и контрольные образцы.

1.3. Выполнение работ по метрологическому обеспечению

Работы по метрологическому обеспечению производства выполняются конструкторскими, технологическими, исследовательскими и метрологическими службами предприятия.

Методическое руководство осуществляется метрологической службой предприятия.

Для подразделений, участвующих в проведении работ по метрологическому обеспечению производства, нормативными документами устанавливается типовое распределение обязанностей.

При выполнении работ по метрологическому обеспечению производства материалов электроники необходимо руководствоваться нормативными документами Госстандарта РФ, отраслевыми стандартами и международными стандартами, регламентирующими тре-

бования к качеству материалов (стандарты SEMI), к методам измерений (стандарты ASTM, DIN, JEIDA) и к организации систем управления качеством материалов (стандарты ISO), подробнее см. подраздел 2.3 настоящего пособия.

2. КЛАССИФИКАЦИЯ И СОДЕРЖАНИЕ МЕТОДОВ И МЕТОДИК ИЗМЕРЕНИЙ

2.1. Метод измерений и методика измерений

В отечественной практике мы встречаемся с двумя терминами – метод измерений и методика измерений.

Метод измерений – это совокупность приемов использования принципов и средств измерений. Иначе говоря, *метод измерений* – это физический принцип, реализуемый с помощью определенных измерительных средств.

Методика измерений – это нормативный документ, в котором описывается процедура, выполняемая с помощью метода измерений для идентификации и количественных оценок характеристик и свойств материалов.

Таким образом, метод измерения является составной частью методики измерения.

В зарубежной практике используется только термин – метод измерений, который по своему содержанию соответствует нашему понятию “методика измерений”.

В зарубежной практике наряду с методами измерений используются и другие виды нормативных документов.

1. *Стандартная практика* – определенные процедуры для выполнения специальных операций или функций, которые не фиксируют результат. Иными словами, это не есть измерительный процесс. Например, к ним относятся стандартные практики по выявлению дефектов структуры селективным травлением, по калибровке измерительных средств, по подготовке образцов к измерениям, по изготовлению контактов.

2. *Стандартное руководство* – рекомендации и инструкции, которые не регламентируют специальную последовательность действий. Например, руководство по аттестации и утверждению стандартных образцов, руководство по применению калибровочных образцов для аттестации методик измерений, руководство по выбору методик измерений какого-либо параметра.

Так как стандартные практика и руководство не содержат измерительные процедуры, эти документы не подлежат аттестации по показателям точности.

2.2. Классификация методов измерений по приёмам использования физических принципов

В соответствии с процедурой реализации физического принципа методы измерений делятся на несколько типов. В практике контроля параметров материалов электронной техники наиболее часто используются два из них.

2.2.1. Метод непосредственной оценки

Это метод измерений, в котором значение величины определяют непосредственно по отсчетному устройству измерительного прибора.

К этому типу относятся также методы, в которых непосредственно измеряемыми являются промежуточные величины, используемые для последующего расчета искомого параметра с помощью известной формулы.

Примеры

1. Метод измерения толщины пластины с помощью шупового индикатора часового типа МИГ. В этом случае измеряемое значение толщины отсчитывается по шкале индикатора.

2. Метод измерения удельного сопротивления монокристаллов кремния с помощью линейно расположенных 4-х зондов. Непосредственно измеряемыми величинами в этом методе являются ток I через крайние зонды и напряжение U между внутренними зондами. Удельное сопротивление ρ монокристалла кремния без учета

влияния его границ рассчитывается по формуле $\rho = \frac{2\pi l U}{I}$, где l – известное расстояние между зондами.

2.2.2. Метод сравнения с мерой

Это метод измерений, в котором измеряемую величину сравнивают с величиной, воспроизводимой мерой. *Мера* – это средство

измерений, предназначенное для воспроизведения физической величины заданного размера (подробнее см. раздел 10 настоящего пособия).

Примеры

1. Метод измерения удельного сопротивления полупроводника по сопротивлению растекания точечного контакта. Физический принцип этого метода основывается на известном соотношении между сопротивлением растекания точечного контакта R и удельным сопротивлением ρ полупроводника $R = \rho/4r$, где r – радиус площадки соприкосновения острия металлического зонда с поверхностью полупроводника. Радиус r имеет размер нескольких единиц микрометров и на практике измерению не поддается. Трудность определения радиуса r обходят путем измерения сопротивления растекания R на стандартных образцах с известным удельным сопротивлением ρ (см. раздел 9) и построения калибровочной кривой $R = f(\rho)$. В этом случае сущность метода заключается в измерении сопротивления растекания точечного контакта на контролируемом образце и вычислении его удельного сопротивления по калибровочной кривой $R = f(\rho)$, полученной для такого же контакта.

2. Метод измерения диаметра частиц на поверхности полупроводника по интенсивности рассеянного излучения. Физический принцип метода основан на измерении интенсивности рассеянного излучения, возникающего в случае попадания частицы на участок поверхности пластины, освещаемой падающим лучом света. В оптике принято размер рассеивающей свет частицы характеризовать величиной сечения рассеяния, равной отношению интенсивности рассеянного излучения к интенсивности излучения, падающего на единицу площади поверхности. Сечение рассеяния имеет размерность мкм^{-2} . В силу специфики механизма рассеяния света сечение рассеяния не равно геометрическому сечению частицы. Чтобы оценить геометрические размеры рассеивающих свет частиц, используют стандартные образцы, представляющие собой пластины кремния с нанесенными на них латексными сферами строго определенных диаметров. Сопоставляют сечения рассеяния контролируемых частиц и латексных сфер. Частице приписывается диаметр, равный диаметру латексной сферы, имеющей одинаковое с частицей сечение рассеяния.

2.3. Классификация методик измерений по области распространения

В зависимости от области распространения методики измерений характеристик материалов делятся на пять категорий:

- международные стандарты;
- государственные стандарты;
- отраслевые стандарты;
- стандарты предприятия;
- рабочие методики.

Международные стандарты предназначены для измерения

характеристик материалов, регламентированных международными стандартными спецификациями, для обеспечения единства измерений и для решения с помощью арбитражного контроля спорных вопросов между поставщиками и потребителями материалов в рамках мирового сообщества предприятий электронной промышленности. Международные стандарты могут также использоваться в качестве рабочих методик или для их калибровки.

Международные стандарты по методам измерений (методикам измерений в нашей стране) создаются государственными организациями по стандартизации, интернациональными и национальными частными обществами и ассоциациями, аккредитованными при государственных органах по стандартизации. Разрабатываемые этими организациями методики измерений проходят обсуждение и экспертизу с участием специалистов всех стран мира, заинтересованных в этой области стандартизации, и принимаются на основе принципа полного консенсуса. Одобренные мировым сообществом производителей материалов электронной техники методики измерений получают категорию стандартных методик, рекомендуемых к интернациональному использованию. Поэтому эти методики являются фактически международными стандартами. Ведущую роль в стандартизации методик измерений в международном масштабе играют пять организаций:

- американское общество испытания и материалов (ASTM),
- интернациональное общество по оборудованию и материалам для полупроводниковой промышленности (SEMI),
- немецкий институт по стандартизации – Deutsches Institut für Normung (DIN),
- японская ассоциация по стандартам – Japanese Industry Standards (JIS),
- японская ассоциация по развитию электронной промышленности – Japan Electronic Industry Development Association (JEIDA).

Государственные стандарты регулируют взаимоотношения изготовителя и потребителя внутри страны и отражают сложившуюся национальную практику контроля качества материалов по некоторым видам измерений. Результаты этих измерений используются в пределах государства.

Государственные стандарты разрабатываются национальными органами по стандартизации, включая государственные учреждения, частные общества и ассоциации. К числу широко известных в миро-

вой практике разработчиков национальных стандартов относятся Американское общество ASTM, Немецкий институт по стандартизации DIN, Японские ассоциации JIS и JEIDA.

В государственных стандартах принято указывать степень их соответствия аналогичным общепринятым международным стандартам.

Отраслевые стандарты предназначены для измерения параметров, регламентированных отраслевыми стандартами и техническими условиями на материалы, и для обеспечения единства измерений между предприятиями отрасли при проведении арбитражного контроля. Отраслевые стандарты могут быть также использованы в качестве рабочих методик измерений.

Отраслевые стандарты разрабатываются ведомственными органами по стандартизации или частными ассоциациями, обеспечивающими консенсус по разрабатываемым методикам измерений среди предприятий отрасли промышленности, находящейся в ведении соответствующего министерства.

Стандарты предприятия разрабатываются в двух случаях:

- при отсутствии необходимой методики в перечне стандартов более высокой категории;
- при невозможности по техническим или финансовым причинам реализовать на предприятии стандарт более высокой категории.

Рабочие методики используются в производстве для контроля качества продукции в случаях, если:

- отсутствуют стандартные методики;
- существующие стандартные методики не позволяют обеспечить требуемую производительность контрольно-измерительных операций.

Рабочие методики используются также при проведении научных исследований и осуществлении измерительных операций, не входящих в технологический регламент производственного процесса изготовления материалов.

Нормативным документом на рабочую методику в отечественной практике согласно требованиям ГОСТ 8010-72 является аттестат методики измерений.

2.4. Содержание методик измерений

Изучение мировой и отечественной практики построения научно-технических документов по контролю параметров материалов электронной техники позволяет обобщить требования к содержанию и порядку изложения стандартов и аттестатов на методики измерений.

Методика измерений состоит из следующих разделов, изложенных ниже в рекомендуемой последовательности.

1. Назначение и области применения. В этом разделе указываются, какая физическая величина или характеристика контролируются, на какие типы материалов методика распространяется, устанавливается рабочий диапазон контролируемого параметра.

Рабочий диапазон действия методики соответствует тому интервалу измеряемых значений физической величины, в пределах которого гарантируется указанная в методике погрешность измерения.

2. Метод измерений. Этот раздел должен содержать описание физического принципа, положенного в основу метода, рабочую формулу метода, связывающую непосредственно измеряемые величины с искомым параметром, и последовательность определения искомого параметра.

3. Измерительная аппаратура. В разделе приводится перечень технических средств, применяемых при выполнении измерений (измерительных установок, вспомогательных средств измерений). В этом же разделе перечисляются необходимые технические средства поверки и калибровки измерительной аппаратуры, включая стандартные и контрольные образцы.

Может быть указан конкретный тип или модель измерительной установки. При этом допускается вводить указание, разрешающее применение измерительных установок, отличных от указанных в перечне, но имеющих такие же метрологические характеристики. Если измерительные установки, с помощью которых можно проводить измерения, выпускаются промышленностью и имеется несколько их моделей, или, наоборот, промышленные измерительные установки отсутствуют и необходимо изготавливать индивидуальный измерительный прибор, то в этом разделе методики приводятся технические требования к измерительной аппаратуре без указания типа установки. При этом требования устанавливаются на метрологиче-