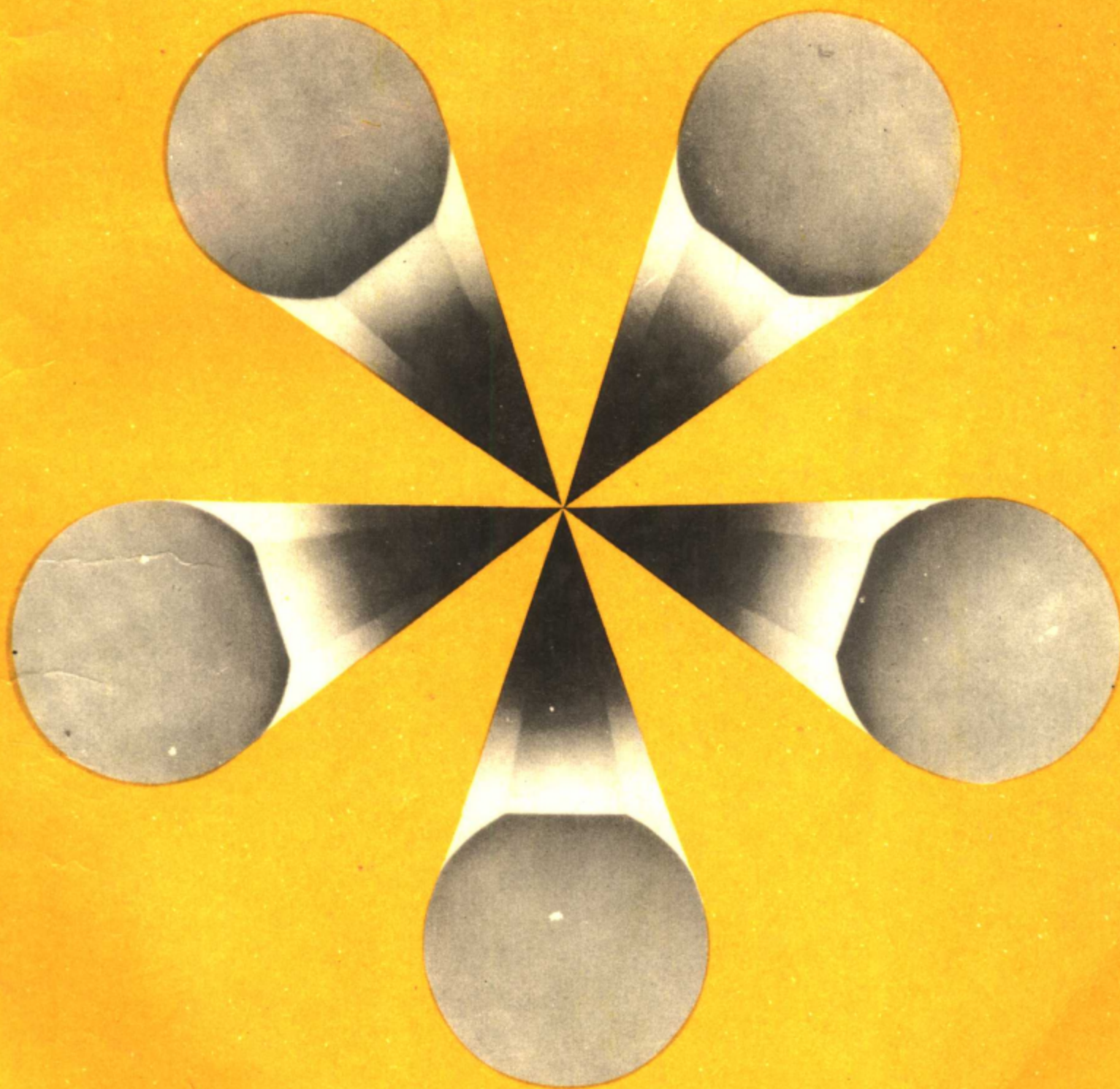


SEMI 标准

1987年



半导体设备和材料国际组织
中国标准化协会

SEMI标准年鉴

1987



第 6 卷

中国标准出版社

SEMI标准年鉴

1987

第 6 卷

中国标准出版社出版

(北京复外三里河)

北京市通县台湖印刷厂印刷

开本·850×1168 1/32 印张26 1/2 字数805 000

1988年3月第一版 1988年3月第一次印刷

印数1—3 000 定价9.00元

ISBN 7-5066-0103--6 T B·032

前 言

近几年来,我国执行对外开放政策,引进国外先进设备和技术,加强同国外的技术交流,我国半导体工业同时也获得了较大发展。

为了加强对外技术交流,中国标准化协会组织了电子工业部、中国有色金属工业总公司、化工部、国家建材局的有关单位的部分科技人员,对半导体设备和材料国际组织SEMI标准年鉴进行了翻译。

SEMI 标准全书原为五卷,由于某种原因,我们决定将其中ASTM标准全部抽出,单独成册,即第6卷一并发行。对于读者来说,这些ASTM标准是必不可缺的,特此敬告读者。

本卷收集了SEMI 标准年鉴中ASTM标准测试方法共45篇,其中材料分册中44篇,化学品分册中1篇。

由于时间仓促,翻译水平有限,译文中的错误和不确切之处在所难免,敬请读者指正。

1987年11月

目 录

E 122-72(1979)	评价一批产品或一个工艺过程平均质量样本大小选择的标准推荐规程
E 177-71(1980)	应用于材料性质测量中精密度和准确度术语使用的推荐规程
E 228-71(1979)	用石英玻璃膨胀计测定硬质固体线性热膨胀的标准方法
F 21-65(1983)	用喷雾试验检查疏水性表面薄膜的标准方法
F 22-65(1983)	用水膜破裂试验检查疏水性表面薄膜的标准方法
F 24-65(1983)	表面上微粒沾污测量和计数的标准方法
F 26-84	半导体单晶晶向的标准测定方法
F 28-75(1982)	锗和硅体内少数载流子寿命的标准测量方法
F 42-77(1982)	非本征半导体材料导电类型的标准测试方法
F 43-83	半导体材料电阻率的标准测试方法 p66
F 47-84	用择优腐蚀技术检测硅晶体完整性的标准方法
F 76-84	非本征半导体单晶霍尔迁移率和霍尔系数的标准测试方法
F 80-85	用腐蚀技术检测外延沉积硅晶体完整性的标准方法
F 81-77(1982)	硅片径向电阻率变化的标准测量方法 p121
F 84-84a	用直线四探针测量硅片电阻率的标准方法 p131
F 95-76(1981)	用红外反射法测量相同导电类型衬底上硅外延层厚度的标准方法
F 110-84	用磨角和染色技术测量硅外延层或扩散层厚度的标准方法
F 120-75(1980)	单晶半导体材料中杂质红外吸收分析的标准规程
F 121-83 ^{E1}	用红外吸收法测量硅中间隙氧原子含量的标准方法
F 123-83 ^{E1}	用红外吸收法测量硅中替代碳原子含量的标准方法
F 143-73(1978)	根据堆垛层错尺寸测量硅外延层厚度的标准方法
F 154-84	鉴别镜面硅片上观察到的缺陷和沾污标准规程和术语 p184
F 374-84	用直线四探针测量硅外延层、扩散层和离子注入层方块电阻的标准方法 p214
F 391-84	用稳态表面光电压法测定硅中少数载流子扩散长度的标准方法
F 398-77(1982)	用等离子体共振极小值波长法测定半导体中多数载流子浓度的标准方法
F 416-84	抛光硅片中氧化诱生缺陷检测的标准方法 p256
F 419-84	栅控和非栅控二极管的电压-电容关系测定硅外延层中净载流子浓度的标准方法
F 522-84	用干涉相衬显微镜测量硅外延层堆垛层错密度的标准方法
F 523-83	硅抛光片目检的标准规程 p291
F 525-84	用扩展电阻探针测量硅片电阻率的标准方法
F 533-82	硅片厚度和厚度变化的标准测试方法
F 534-84	硅片弯曲度的标准测试方法
F 612-83	抛光硅片表面清洗的标准规程 p325
F 613-82	硅片直径测量的标准方法
F 614-80	光掩模制备中使用的光学透镜畸变的标准测试方法
F 657-80	用非接触扫描方法测量硅片翘曲度和总厚度变化的标准方法 p340
F 671-83	电子材料晶片上参考面长度测量的标准方法 p350
F 673-80	用非接触涡流检测器测量半导体晶片电阻率的标准方法 p355
F 723-82	掺硼和掺磷硅单晶电阻率和掺杂剂浓度换算的标准规程
F 775-83	用无接触干涉技术测量晶片平整度的标准方法

- F 815 - 83 外延钉状缺陷的标准检测方法
- F 847 - 83 用X射线技术测量硅单晶片上参考面结晶学取向的标准方法
- F 928 - 85 硅片边缘轮廓的标准检查方法
- F 951 - 85 间隙氧含量径向变化的标准测试方法
- D 445 - 79 透明和不透明液体运动粘度的标准试验方法 (以及动力粘度的计算)

ASTM E 122-72 (1979年重新审批)

评价一批产品或一个工艺过程平均质量样本大小选择的标准推荐规程¹

该标准以固定编号E122出版,后面的数字表示最初正式通过的年份,如有修订为最近一次修订的年份。括号中的数字表示最近一次重新审批的年份。

1. 适用范围

1.1 本标准推荐规程给出了为计算在一个样品中包含多少单元的简单方法,其目的是为了估算某一批材料所有单元的某些特性的平均值或某道工序生产的平均值。

2. 符号

E = 由试样所作的估计和在该批或在该道工序的所有单元的测量结果(采用同一方法)之间所允许的最大误差。

$$e = E/\bar{X}$$

$\bar{X}$ = 批或工序的平均值或在批或工序中所有单元的测量结果 X 的期望值。

$\bar{X}_0$ = $\bar{X}$ 的估算值。

N = 批量。

n = 从无限批数中抽取的样品数。

n_L = 从有限批数中抽取的样品数。

p' = 实验中一批或某单元具有特征值的某道工序的真值(未知的)分数。

p'_0 = p' 的估算值。

p = 样品中的不合格分数。

R = 一组抽样值的范围,最大观测值减去最小观测值。

$\bar{R}$ = 所有相同尺寸的几个样品范围的平均值。

σ' = (未知的)一批或某道工序的单元间的标准偏差。

σ'_0 = σ' 的估算值。

$s = [\sum (X - \bar{X})^2] / [(n-1)]^{1/2}$, 由该公式(有合适自由度)所规定的标准偏差 σ 的估算值。

s = 几个样品的 s 的平均值。

$V' = \sigma' / \bar{X}$, 某批或某工序的变动(偏差)系数。

$V'_0 = V'$ 的估算值。

$V = s / \bar{X}$, 或 $\bar{R} / d_2 \bar{X}$, 样品的变动系数。

X = 被测单独单元特性的随机变量或数值。

$\bar{X}$ = 几个 X 的观测值的平均值, $\bar{X} = \sum x / n$ 。

3. 所需经验知识

3.1 该问题的一些经验知识先叙述如下:

3.1.1 对关于特性的标准偏差要有一定的认识。

1979年9月,编者作了编辑改动。

该推荐方法归属于ASTM委员会E 11上的统计方法。现版于1972年4月3日审定,1972年6月颁布,初版为E 122 56T,前一版为E 122 58。

3.1.2 如果没有丰富的经验给出估算标准的窄的范围，可以陈述关于特性的最低到最高值的范围或延伸和关于特性分布形态的看法；例如，可以说，是否绝大部分的值处于范围的一端或位于中间，或相当均匀地从一端移到另一端（见第7章）。

3.2 如果目的是估算不合格分数，则每一单元有一个0或1的值（合格或不合格）且标准偏差和其分布形态仅取决于 p' ——该批或该道工序的不合格分数。因此，有关 p' 的大小的粗略概念是需要的。其 p' 的大小可从预先的抽样或以前的经验中得到。

3.3 尽管更多的知识使样品更经济，但有一般知识就足以开展这一工作。获得足够的信息去估算所要求的样品数量是不难的。当经验知识开始时很肤浅，以及如果所要求的精度苛刻时，实践中往往采用多于方程式指出的样品数。额外的保险是因知识的不足而付出的代价。

3.4 任何情况下，甚至在开始只有肤浅知识的情况下，由随机样品所作的估算精度，可由样品自身估算。根据初次的样品所达到的精度估算值可确定下一次类似材料样品的更经济的样品数量。换句话说，有关该工序以及该生产材料的信息，从而应进行累积和提供使用。

4. 精度要求

4.1 必须规定预期的近似精度，即必须确定对样品的估计值和该批或工艺中个单元的测量值之间的最大偏差 E 。

5. 计算样品数量的公式

5.1 计算样品数量 n 的公式如下：

$$n = (3\sigma'_0/E)^2 \quad (1)$$

式中：

σ'_0 = 该批或该工序标准偏差的预先估算值；

E = 样品的估算值与测量（采用同样测量方法）该批或该工序的所有单元的结果之间的最大允许误差；

3 = 对应一个非常低的概率因子。该因子表明样品估算值和测量（采用同样测量方法）批或工序的所有单元的结果之间的差大于 E 。通常推荐采用选择因子3。采用因子3且某一批或某一工序标准偏差等于预先估算值，则是“实际肯定”了抽样误差不会超过 E 。要求可靠度较小时，可用较小的因子。

注1：例如，用因子2代替3，给出抽样误差可能超过 E 的概率为千分之四十五。因为在第3章中所遇到分布可能不是正态的，故下表（基于正态分布）给出了近似的概率。

因子	近似的概率
3	0.003或0.3%
2.58	0.010或1%
2	0.045或4.5%
1.96	0.050或5% (1/20)
1.64	0.100或10% (1/10)

注2：如果某一批材料在其特性测量中具有非常不对称的分布，则因子3将给出不同的概率，可能会比0.3%大很多。如果担心是非对称的影响，则有两件事要做。

(1) 检查材料，以便发现，例如极高值，或可能出现的非正态特性。为了接近于粗略的非对称量，作为统计理论如有必要作调整样品量用。

(2) 寻找非正态材料的批次，为了单独进行处理而将它分开。

5.2 有时用下面的形式比用方程(1)更方便：

$$n = (3V'_0/e)^2 \quad (2)$$

V'_0 = (变量系数) = $\sigma'_0/\bar{X}'_0$ ，变量系数的预先估算值，用百分数（或按分数）表示；

$e = E/\bar{X}'$ ，允许抽样误差，以 $\bar{X}'$ 的百分数（或分数）表示；且

$\bar{X}'$ = 被测特性的期望值。

5.2.1 有一些材料的 σ' 大体随 $\bar{X}'$ 而变化, 在这种情况下, $V' (= \sigma' / \bar{X}')$ 随着 $\bar{X}'$ 值从大变到小近似保持为一常数。如果相对误差 e 对于所有的 $\bar{X}'$ 值都一样的话, 则方程(2)右边的各项均为一常数, 则 n 也是一个常数, 这意味着对所有 $\bar{X}'$ 值, 将要求同样的样品数量。

5.3 如果问题是估算该批的不合格分数, 则 $(\sigma'_0)^2$ 由 $p'_0 (1 - p'_0)$ 代替, 于是方程(1)变为:

$$n = (3/E)^2 p'_0 (1 - p'_0) \quad (3)$$

式中:

p'_0 = 该批或该工序的不合格分数 p' 的预先估算值。

如果 p'_0 很小, 以至 $p'_0 n$ 小于 4, 则方程(3)中将用一个大于 3 的值来取代 3 (通常为 3.25) 以补偿因 p' 为小值造成的 p 分布的非对称性。

5.4 当需要限定数量的特殊批次的平均值且不用来估算工序的平均值时, 则所需样品数小于方程(1)、(2)、(3)所给出的数, 对于估算有限批的平均值的样品数应为:

$$n_L = [N / (N + n)] n \quad (4)$$

式中:

n = 由方程(1)、(2)或(3)计算值;

N = 批数。

样品数量减少通常意义不大, 除非 n 是 N 的 10% 或更大。

6. 将经验知识换算为 σ'_0 的数值 (适用于前面样品数的数据)

6.1 本章举例说明当有了预抽样数后, 如何用第 4 章的方程。

6.2 对于方程(1)计算几个样品标准偏差 $S = \sqrt{\sum (X_i - \bar{X})^2 / (n-1)}$, 且如果这些样品差别不大 (注 4), 则用其平均值作 σ'_0 (注 3 和注 4)。

注 3: 从样品数据得出 σ'_0 值的简单方法是以随机顺序排列观察值, 然后对连续的 4、5、8 或 10 组观察值范围取平均 (正态理论示出最佳组数是 8), 如果 $\bar{R}$ 是这些范围的平均值, 那么用 $\bar{R} / d_2$ 作 σ_0 。

下表表示一些 d_2 的精选值²:

组数	d_2
2	1.13
4	2.06
5	2.33
8	2.85
10	3.08

注 4: 对少量样品, 样品 s' 的较好的平均数 k 是通过取 $\bar{s} = \sum c_4 s / k$ 获得的, 式中 c_4 在所有情况下, 由表 1 的定义、符号、公式和质量控制表给出 (美国质控协会)³。

6.2.1 例 1 $\bar{s}$ 的应用

6.2.1.1 问题 当要求 E 值等于 50psi 时, 为估算一批砖的平均横向断裂强度, 计算所需要的样品数。

6.2.1.2 解 从前三批基于 100 块砖的样品中求出标准偏差的估算值为 215、192 和 202psi。

这三个标准偏差的平均值是: 203psi, 由此, 方程(1)给出如下等式:

$$n = [(3 \times 203) / 50]^2 = (12.2)^2 = 149 \text{ 块砖}$$

对于所要求的样品数, 给出了 50psi 的最大抽样误差。

6.3 对于方程(2) 若 σ' 近似地随被测材料的特性 $\bar{X}'$ 变化而变化, 则对数个样品 (除非它们已是有效的) 计算平均值 $\bar{X}$ 和标准偏差 s 。如果它们不是很不相同的话, 则可用几个 $V = s / \bar{X}$ 值的平均值作 $V/6$ 。注 5 指出了更好的方法。

² 见 ASTM 标准年鉴, “资料和控制图表分析文献”, ASTM STP15D, 1976, 第 3 卷 27 表。

³ 取自美国国家质量控制协会。

注5：当抽样量少时，较好的方法是取 $1/V_0' = [(n_1/V_1C_1) + (n_2/V_2C_2) + \dots + (n_k/V_kC_k)] / (n_1 + n_2 + \dots + n_k)$ ，式中C值如下：

n	C
3	1.772
4	1.383
5	1.253
6	1.189
7	1.151
8	1.126
9	1.108
10	1.094
17	1.050
33	1.024
∞	1.000

这些C值，是对偏差的修正。是根据这样的事实： $\sqrt{n}/V$ 具有一非中心的 t 分布。发现在 $k=1$ 的情况下，上述公式简化成 $V_0' = V_1C_1$ 。

6.3.1 例2 V 的应用，估算变动系数。

6.3.1.1 问题 当要求 e 值为0.1%或10%时，对估算一批材料的平均耐磨性计算其所需样品数量。

6.3.1.2 解 这批相同材料的先前样品无任何数据，但对于相似材料的6个试样示出了耐磨性数据的一个宽的范围。因此，标准偏差的估算值近似正比于平均观测值，如下表所示：

批 号	样品数	平均周期	观测范围 R	$\sigma' = R/3.08^*$ 的估算值	变量系数 %
1	10	90	40	13.0	14
2	10	190	100	32.5	17
3	10	350	140	45.5	13
4	10	450	220	71.4	16
5	10	1000	360	116.9	12
6	10	3550	2090	678.6	19
平均值					15.2

* 标准偏差 s 值可由范围得出的估算值代替，只要这些值是优先的或已采用的。

在方程 (2) 中使用变量系数 $V\sigma'$ 的观测值的平均值，可得到：

$$n = [(3 \times 15.2)/10]^2 = (4.6)^2 = 21.2 - 22 \text{ 个试样}$$

6.3.1.3 如果需要5%的最大允许误差，则需要的样品数为85。由指定样品提供的数据对于从事研究是很有用的，对相似材料的下一步研究也是有用的。

6.4 对于方程 (3) 对每个样品，计算不合格的估算分数 p ，然后用下面公式计算加权平均值：

$$\bar{p} = \frac{\text{所有样品中的不合格总数}}{\text{所有样品中的总单元数}}$$

6.4.1 例3 p 的应用：

6.4.1.1 问题 计算所需样品数量，估算当要求 E 值为0.04时，一批合金钢轨螺栓和螺帽的不合格分数。

6.4.1.2 解 下表中用前四批数据来预先估算 p' :

批 号	样 品 数	不 合 格 数	不 合 格 分 数
1	75	3	0.040
2	100	10	0.100
3	90	4	0.044
4	125	4	0.032
总 数	390	21	

$$\bar{p} = 21 / 390 = 0.054$$

$$n = (3 / 0.04)^2 (0.054)(0.946) = [(9 \times 0.0511) / 0.0016] = 287.4 = 288$$

如果要求 E 值为 0.01, 则样品数需要 4600。如果应用方程 (4), 则要求样品数将会更少些。

7. 将经验知识换算为 σ_0' 的数值 (没有预先相同或类似的样品数的有效数据)

7.1 本章说明如何在没有实际观测值计算 σ_0 情况下, 应用第 5 章中的公式。

7.2 对于方程 (1) 由以往的经验, 试找出特征的最小和最大数值可能是多少 (否则, 可以从某些其他来源获得该数据), 试作出其他观测值可能如何分布。有一些简单的观察和涉及过程的过去行为问题, 如配料、混合、堆放、贮存等一般过程以及有关材料管理和抽取材料一般实验的知识 (后进, 先出或后进, 后出) 通常将引出足够的信息以辨别图 1 上不同形式 (注 6) 的分布。在不确定的情况或在对 E 的精度苛求的情况下, 可用直角分布。由直角分布提供的额外保护的代价是需要较大的样品数量, 这是因为由此产生一个很大的标准偏差。

注 6: 图 1 的正态分布的标准偏差是一种用好的控制过程作资料的保险的估算, 在这种情况下, σ' 的预先估算值将是有效的。

7.2.1 由图 1 的公式之一估算的标准偏差, 可用作方程 (1) 中 σ' 的预先估算值, 这个预先估算法是经常使用的, 对有疑问的观测值, 此法尤为可取。

7.2.2 例 4 σ_0' 的用途 (根据图 1)

7.2.2.1 问题 (同例 1) 当要求 E 值为 50 psi 时, 计算所需样品数以估算一批砖的横向强度的平均值。

7.2.2.2 解 根据以往经验, 一批砖的横向强度的分布值已知大约为 1200 psi, 这些数值聚集于这区域中间, 但不一定是正态分布。

7.2.2.3 图 1 中的等腰三角形分布看来似乎是最合适的。 σ 预先估算值为 $1200 / 4.9 = 245$ psi。则:

$$n = [(3 \times 245) / 50]^2 = (14.7)^2 = 216.1 = 217 \text{ 块}$$

7.2.2.4 在 217 和 149 块样品数之间 (例 1 中求出的) 的差异, 就是粗略知识的价值。

7.3 对于方程 (2) 当整体的变量系数的估算值根据图 1 的公式之一进行是可能的话, 就不推荐它了。一般说来, 使用 V_0' 代替 σ_0' 更好的知识, 是从对实际数据的分析获得的, 在这种情况下, 采用第 6 章的方法。

7.4 对方程 (3) 根据以往经验, 近似地估算出不合格分数可能就在此范围的区域。请转向图 2 并对 p' 的可能范围的中心读出 $(\sigma')^2 = p'(1 - p')$ 的值, 并将此值用到方程 (3) 中去。在精度要求苛刻的场合, 在 p' 的可能范围内使用最大的 $(\sigma')^2$ 值。

8. 成本考虑

8.1 从方程 (1)、(2) 或 (3) 算出满足规定精度所需样品数以后, 下一步就要计算这种样品数的试验成本了。如果成本太高, 可能要放松精度要求 (或等效接受抽样误差可能会超过最大允许误差 E 的 n 率增加 [第 5 章]), 或者减少样品数以满足容许的成本。

8.2 方程 (1) 给出按规定精度的 n 可以按给定的 n 的 E 来解决, 由此发现对于给出容许成本的精度是可能的, 对于方程 (2) 和方程 (3) 可作同样的处理。

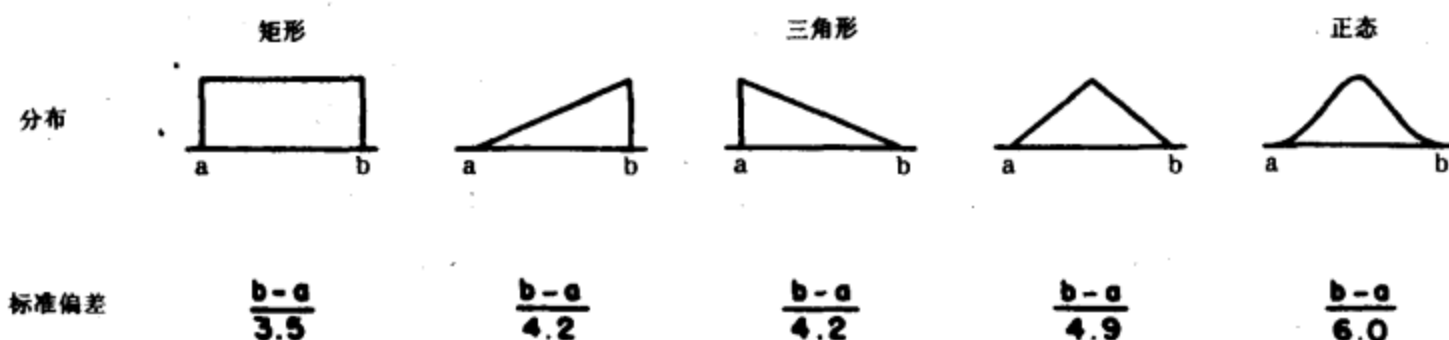
8.3 必须指定所要求的允许误差 E 值或容许的成本; 否则无法得到合适的样品数。

9. 样品选择

9.1 根据试样, 为对某一批或某一工序作估算, 必须随机选择样品的单元。随机不是纯粹偶然或无方向的, 它是有限的产品, 是有企图造成不一致的。唯一普遍可接受的随机选择是用随机数作的, 其效果是保证彻底地混合批中的取样单元。

9.2 在使用随机数目中, 材料必须以某种方式划分成“抽样单元”。此外, 每个抽样单元按实际或按某种规则必须用顺利排列的数字编上号以便识别。对于包装好了的物品, 其规则很简单; 包装包括以限定的层数包上确定的物品数, 以特定的方式排列, 设计某种系统以给物品编号是容易的。如矿石、煤或一桶螺栓或螺帽那样的堆装材料的场合下, 确定有用抽样单元必须在生产过程的早期进行。

9.3 在这里, 既不准备讨论材料的处理, 也不寻求一种保证发现令人满意的抽样单元的好方法。而是假定合适的抽样单元已经确定, 目的是回答有多少抽样数的问题。



注: 这里作为正态分布示出的图形是有的任意的, 因为实际上正态分布是没有终端的。

图 1 某些分布类型及其标准偏差

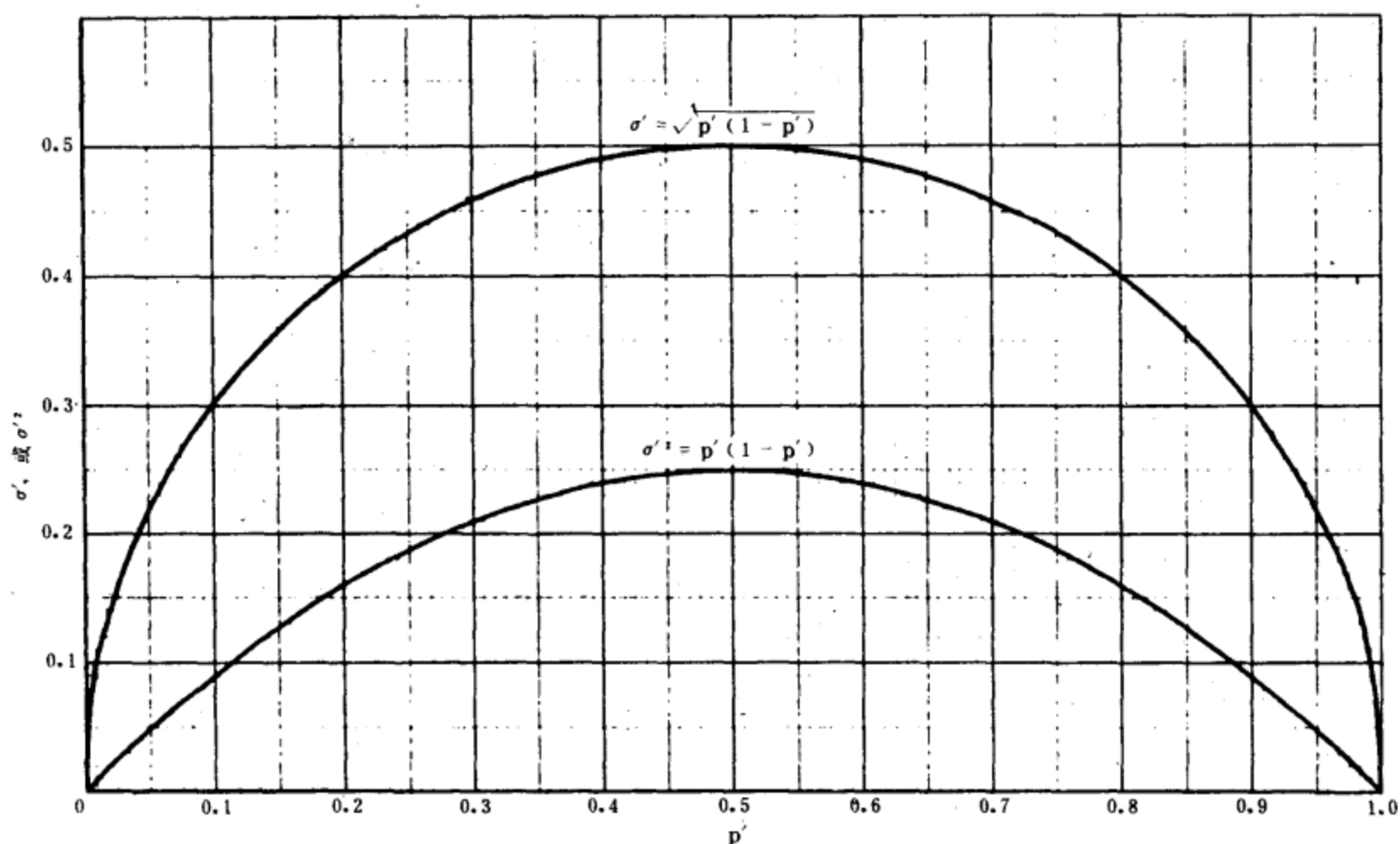


图2 σ' 、或 $(\sigma')^2$ 值，对应 p' 值

美国材料与试验协会对与本标准任何条款有关的专利权的合法性不发表意见，并明确告知本标准的用户，对这种专利权合法性的判断以及侵犯这种专利权的后果，完全由本标准的用户负责。

本标准由所管辖的技术委员会随时进行修订，每五年一次。如不修订，则或是重新审批，或是撤销。欢迎您对本标准提出修改或要求补订新标准的意见，并将意见寄 ASTM 总部。主管技术委员会的会议上，您的意见将得到认真的讨论。您亦可以出席这样的会议。如果您认为您的意见未被公正地采纳，可将您的意见告知 ASTM 标准委员会，地址：1916 Race St., Philadelphia, Pa. 19103。

ASTM E 177-71 (1980 年重新审批)

应用于材料性质测量中精密度和准确度术语使用的推荐规程¹

本标准按固定编号E 177发布;紧接编号后面的数字表示最初制订的年份,若经修订,则表示最近一次修订的年份。括号内的数字表示最近一次重新审批的年份。上标字母(ε)表示最近一次修订或重新审批时作了编辑性的修改。

1. 适用范围

1.1 本推荐规程的目的旨在概括有关“精密度”和“准确度”两术语的一些基本概念,为ASTM各委员会在引用精密度和准确度方面提供使用规范,并描述精密度实验测定中一些重要的特点。从第15章开始叙述一具体实例。

基本概念

2. 试验方法

2.1 一项试验方法包括为测定某一材料性能而对试验装置提出的要求,以及为使用该装置而明确规定的程序。

3. 测定过程

3.1 基本特性 一个测定过程是由试验方法的反复运用而构成的。可能涉及三个基本特性:

3.1.1 对试验方法的理解 如果一个试验方法规定使用某一特定的试验装置,则遵循这一方法的测定过程就要涉及对这一试验装置的专门说明,也会要涉及为该试验方法所要求而进行试样制备、测量等的特定操作人员。

3.1.2 原因系统的理解 原因系统是一组因素的集合。这些因素可能引起测量上的差异,诸如试验装置、操作者、试样和试验日期,以及其他一些比较难以断定的情况。有些原因可能明显地存在于试验方法的本身,但在一个测定过程中了解到的原因系统是那些存在着的原因的集合,这些原因事实上确对获得的测量结果有影响。对一个原因系统的这样一种理解,便定义出自测量过程的独立测量值的统计整体,并导引出在该整体中特定的统计方法。

注1:属于单一的原因,如“操作者”造成的测量值差异,往往被认为是由某一小范围内特定个人之间(例如为某公司雇用的操作员)或一无限大范围内特定个人之间(如任何合格的操作员)的差别所致。与从一个范围到另一个范围的变更有关的变化,意味着从一个原因系统向另一个原因系统的转变,也就包含有差异程度的变化。

3.1.3 统计控制的容量 按ASTM《数据表示与控制图表分析格式指南》第3部分²,在一个测量过程中,必须提出统计控制容量的要求。控制容量的意思是指测量值是从一个可识别的统计整体或从一个规则排列的整体中作出测量,否则,也是指妨碍这种识别的自然原因本身能予以识别,并且如需要时,可摘出和剔除。

3.2 材料、水平和试样 材料的水平是原因系统的基本部分,是需要专门予以说明的。就试验而论,如果可能的话,材料的水平是可以精心选定的,或者可以依据水平,按不同的随机程度选取出材料的一部分(注2)。除已指出的之外,本标准中“水平”一词是指材料某一性能的可接受的基准水平。

¹ 本推荐规程由ASTM的E-11“统计方法”委员会管辖。

现行版本于1971年3月19日生效。首版于1961年。代替E 177-68T。

² ASTM《数据表示与控制图表分析格式指南》可从ASTM总部获取。

这里,“可接受的基准水平”包括两个有区别但又相互关联的概念:可以是专门留出供以后标定、注册用的那一部分材料(即标样)的某一性能测定而发布的权威性可接受值;或是指对试样的测定值,亦即对材料中一标准部分以权威性可接受的试验方法为基础来控制测定过程所得的测定值(即用合适的标准方法获得的真实或理想测定值)。在某些情况下,一定数量材料的可接受水平可通过对材料不同部分的测定值按标准程序,通过计算导出。

注2:在按统计学设计的试验中,“水平”一语,当测量值是要代表规定的或各个“因素水平”的任意组合时,是用来描述相对于系统其他原因的机会(这样,通常就称为“因素”了)。

4. 测定过程的统计学特性

4.1 统计学特性的概念 为要明确一个测定过程的统计学特性,这个测定过程必须具有第3章所述之性质。那就是,只有当一特定过程是由一个规定的方法和设定的原因系统所产生并处于能予以统计的状态下,才能对该过程的统计学特性进行评价并加以运用。这里有两项重要的统计学特性:精密度和准确度。这些概念由形容词“精密的”和“准确的”引伸而来。在表示与事实、标准或真值的一致程度时,它们有时被看作是近乎于同义的。在这个意义上,一个测定过程可以描述为,例如是“精密的”或“不精密的”,但不必要说是比另一测定值“更精密”或“更不精密”。在将“精密的”和“准确的”这两个术语用于一组由整体中许多不同的实测值组成的样本时,或用于该统计整体本身时,还会出现其他的问题。一个测定过程,只有在用这样的样本测定值判断其能达到有关的统计试验和“精密度”标准的要求时,才能说是“精密的”。另一方面,两个测定过程,可以通过对两者的样本测定值的统计分析来加以比较。借此,便可自然地得出一个测定过程或方法比另一方法“更精密”、“较不精密”,或者是具有“较高的”或“较低的”精密度。这样,“精密的”和“准确的”,以及“精密度”和“准确度”等词当应用于一个测定过程的统计特性时,便获得了相对的或比较的意义。一测定过程的精密度是指从该过程获得的各个具体测定值之间的相互一致的程度;而准确度指这些测定值同被测材料中这一特性的可接受基准水平之间的一致程度。因而在这一过程中,准确度是作为一个兼用语(包括精密度和偏差)来使用的。

注3:准确度有时是指一大群测定值的平均值同一可接受的基准水平之间的一致程度,这与上面所说的定义之间的差别在于这样一个平均值与可接受基准水平之差,随测定值个数的增加,越来越不依赖于精密度,而只反映出各测定值共有的系统误差(4.2.2)。如果一个方法输出的结果的期望值同可接受基准水平相一致时,这个方法在统计控制中便是没有系统误差,否则,方法便不是没有系统误差。

4.2 统计特性的叙述 在4.1的讨论中,仅仅是提供使用精密度和准确度的概念性的基础。而要就测量过程的这些统计学特性作出特定的叙述则是另外一个问题。

4.2.1 精密度 精密度可以用精密度指数表示,其形式为 $\pm a$,这里 a 是一正数。一个测定过程的各个测定值越是集中,则精密度指数中的 a 值就将会越小。然而,任何这样的指数,都必须包含有对测定值的差异程度的通俗易懂的理解。在标准中,应明确说明精密度的含义和使用。一般,指数越大,过程就越不精密。在不同的测定过程中,由于方法或原因系统的差别,精密度指数的值(即 $\pm a$)可能是不同的。即便是在不同的过程中都进行着统计控制,在数值上的这些差异也可能出现,因为实际的原因系统可能依过程不同而有差别,又不易于觉察。如果两个精密度指数分属于两个基于同一的方法或用于测量相同的物理特性,而且对差异程度都有着相同解释的过程时, a 值小的过程就是较为精密的,或具有较高精密度。这样,这些精密度指数实际上是不精密度的直接量度。这种反参比方法已为常规所确认。对一个过程所选定的精密度指数值可以简单地被看作是其精密度。

4.2.2 准确度 对准确度,是不能提出单一的又广为通用的叙述形式的。然而,鉴于4.1所叙述的准确度概念不仅包含着精密度,而且也包含有对于基准水平的恒定偏差(系统误差),因此,用一个精密度指数和一校正值来表征准确度,并按规定方法将这个校正数用于每一测定值,则可减少,或消除系统误差。这种办法是恰当的。另一方面,这种校正值常被看成是试验方法所固有的,将其纳入到试验方法本身的叙述中,要比与测定过程准确度联系在一起更为合适。加之,依靠标准校正值来作为消

除系统误差的手段可能会导致对特定测量过程的准确度的错误推断(见4.3.3)。

4.2.2.1 系统误差的来源大多存在于与一测定过程有关的原因系统之中,诸如测定前试样的处理制备、仪器的校准、地区环境条件如湿度、温度等,以及对测定规程的理解。如果两过程的精密度指数在数值上相等,但系统误差不一样,则系统误差小的那个过程是较准确的。但各方经恰当的校正后,准确度有可能变为相等。如果两过程的系统误差都可忽略不计,那么比较精密的那一个就是较准确的,或具有较高准确度。在其他情况下,不可能作简单的比较。

4.3 过程的精密度和系统误差的变化

4.3.1 与水平变化有关的变化指数值或系统误差量,或其两者,可能依有关的物理特性的可接受基准水平的变化而变化。这样一些水平上的变化常常伴随受检材料的改变而一起出现。有一种变化是由所采用的精密度指数而致,或可能存在于试验方法之中,或者两种原因兼而有之。无论属哪种情况,过程的精密度或系统误差的叙述可能要求按水平表示的限定条件或说明。于是,叙述精密度的具体形式也就部分地取决于其相对于水平的独立程度。例如,使用测量单位表示的精密度指数就会不同于用水平的百分率表示的指数。一般,是不可能指明哪一个比另一个更独立于水平之外的,但在任何给定的场合下,独立程度是明显不同的。此外,有些情况下,会存在有简单的数学关系,如对数或方根等,可以独立地用之于各个具体测定值。其结果,发现用转换的测量值表示的精密度指数或系统误差在多级水平范围内是稳定的。

4.3.2 与原因系统其他变化有关的精密度变化一个过程的精密度取决于与之有关的原因系统。例如,一个试验系列的测定值通常比几个试验系列测定值的总和更精密。精密度必须有限定条件,并加以说明,以使之就原因系统而言具有实际意义。这种限定条件,只要可能,就应直接纳入精密度的叙述中,即便是节略形式也要如此。当然,由于不能查明实际的原因系统而造成精密度的变化,就应予消除,不作考虑。

注4:不能查明实际原因系统这种情况常常表明缺乏统计学控制。

4.3.3 与原因系统中其他变化有关的系统误差上的变化系统误差对每一测定值样本的误差来说都是固定和共同的因素。对大量的,尤其是通过长时间积累起来的数据来说,系统误差可预期会按给定的原因系统范围内的已知变化而变化,或者因难于鉴明的原因而发生变化。后一种情况对与单个实验室、试验设备和操作者有关的系统误差来说更是如此,绝不能指望这些误差长期保持不变。例如,一测定过程中某一确定量的系统误差只有当与以前未曾鉴明的原因有关的变化出现之后,才能观察到,这是完全可能的。这一变化可引起系统误差的变化,从而发现其特定的原因。如果由于增加实验室、试验装置和操作者或试样的数目,就致使原因系统发生变化的话,以前认为是系统性的误差,这时就不如作为代表一个整体的许多偏差值中的一个更为合理(注1)。因此,与一个经变换以便容纳更多同一类别测定值的原因有关的差异性就属于不精密性,而非系统误差了。相应地,就应对精密度和系统误差(或误差)再进行测定。但在这种情况下,从某些个别实验室、试验装置、操作者或试样得到的测定值仍可能同其余的相差很大,以至需要对系统误差进行校正。当然,这样的系统误差就不再算作不精密性。

4.4 测定过程精密度的实验法测定实验测定不仅需要试验方法本身,也需要那些构成一个实验方法的补充方案和步骤。用于测定一个测定过程精密度的实验过程有着自己的精密度和系统误差,这是由于统计设计不充分或实验过程中有不正常情况所致。实验方法应能够对基本测定过程的精密度作出评价,而不被实验过程的系统误差所歪曲。基本测定过程必须有一已知的原因系统,能进行统计学控制,使实验具有实际意义。因此,有必要将该实验设计得能表明测定过程是否处于统计学控制状态之中,如果不是,则应能提供机会以便采取必要的步骤使之进入这种状态。最后,实验过程的精密度应是凭借其本身便可评定的。

4.5 测定过程的精密度或系统误差与方法和可比较的原因系统之间的联系在实验法测定精密度中,可设想将实验结果同所规定的方法,和可与实验过程所涉及的原因系统相比较的任何原因系统联系起来。也就是说,可以假设,使用相同试验方法并具有可比原因系统的其他测定过程,应具有相同

的精密程度。作出这种假定的置信度很大程度取决于试验方法和实验方法的完整性、对原因系统的理解程度、试验方法和可比原因系统在其他过程中的实现程度，以及在所有这些过程中统计学控制的能力。特别是，必须获取足够多有效的实验证据来指出实验室、操作者、试验装置、试样和试验日期之间的差异，以避免对在所设定的可比原因系统条件下进行控制所实现的试验方法的精密程度评价过高或过低〔见4.3.2和参考文献(5)和(9)]³。与精密程度相反，一个特定过程的准确度取决于逐个的，可能是会变化的系统误差，包括某些实验室、试验装置、操作者，甚至试样。没有理由去把那一类系统误差同试验方法，或更具体地同任何其他具有可比原因系统的测定过程相联系(注5)。另一方面，可以预期，与可观察到的环境因素或基准水平有关系的系统误差所涉及的科学知识，要比从以技术标准化为目的而设计的实验中所得到的更为深刻。

注5：切勿把实验室间可校正的恒定偏差放入到对试验方法精密度的叙文中。

在具体ASTM标准中使用的精密程度(或准确度)

5 叙述形式的选择

5.1 首先，精密程度(或准确度)的叙述形式最好按将来的使用目的作出选择。如果用途较广，这种叙述，特别是对精密程度，就可能很复杂(见6.2)。这方面的用途可以是：

5.1.1 评定一个试验方法的精密程度(或准确度)以便能用其精密程度同另一相似用途的试验方法进行比较。

5.1.2 为核定任何测定过程的精密程度(或准确度)提供基础，以便能够对两个或更多的测定过程的精密程度(或准确度)进行比较。为有效地实施精密程度的叙述内容，可能需要一个佐证实验方法，包括为获取测定值而制订的方案和程序，或者

5.1.3 在有异议时，帮助决定一组测定值中的哪些值应认为是有效的。

5.2 在选定叙述形式时的第二个考虑是系统误差的相对幅度和与测量有关的差异性。

5.3 第三个考虑是出现在叙述中的数值，在材料各个指标水平范围(见4.3.1)和一系列预期到的环境条件的范围上是否保持恒定不变。

6 叙述的范围

6.1 第10章推荐的叙述形式主要是提出标准术语和引用的方式，而不是要限制可用于定量表达精密程度的叙述方式的多样化。但如果第10章所示的精密程度指数用于ASTM标准中，建议遵循下面的术语和叙述形式，然后引用本推荐实施方案。

6.2 在表示精密程度指数时，应说明所用的形式，以及原因系统，包括材料的试样、操作者、试验装置、实验室、日期等诸因素。正如5.1所述，精密程度的叙述会是很复杂的。例如，为要将选定的因素按不同目的和以后的测定将要遵循的不同的实验规程，以不同的方式组合起来，就有必要对各个标准偏差分别加以说明。提出精密程度指数置信界限的建议并不是要代替确定的规定值，但却有着附加的好处。这一建议的提出，部分地是由于对“置信度”一词的解释差别很大，也部分地由于过去的结果与将来的结果不确定度之间的不同。尽管实际的校正值可能随材料的指标水平和选定的可测环境因素按已知的方式而变化，但在准确度叙述中给出的校正值(或几个校正值)对试验方法来说仍应视为标准值。如果在一准确度叙述中用到了精密程度指数，这个指数就应附属于经校正的测定值。

7. 实验法测定的资料

7.1 在有些标准中，给出其精密程度测定的实验方法的提要，甚至列出所获得的数据以作为精密程度的

括号中的黑体数字是指列在本推荐实施方案末尾的参考文献的编号。