

МИНОБРНАУКИ РОССИИ
Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего образования
«САРАТОВСКИЙ НАЦИОНАЛЬНЫЙ ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ
ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ ИМЕНИ Н.Г. ЧЕРНЫШЕВСКОГО»

Кафедра материаловедения, технологии
и управления качеством

**ПРИМЕНЕНИЕ СТАТИСТИЧЕСКИХ МЕТОДОВ ДЛЯ АНАЛИЗА
ТЕХНОЛОГИЧЕСКОГО ПРОЦЕССА ПОЛУЧЕНИЯ
ТОНКИХ ОСТРОВКОВЫХ ПЛЕНОК ОЛОВА МЕТОДОМ
ТЕРМИЧЕСКОГО ИСПАРЕНИЯ В ВАКУУМЕ**

АВТОРЕФЕРАТ БАКАЛАВРСКОЙ РАБОТЫ

студентки 5 курса 537 группы
направления 27.03.02 «Управление качеством»
факультета nano- и биомедицинских технологий

Агеевой Елизаветы Вячеславовны

Научный руководитель
старший преподаватель

должность, уч. степень, уч. звание

подпись, дата

С. Н. Соколов

инициалы, фамилия

Зав. кафедрой
профессор, д.ф.-м.н.

должность, уч. степень, уч. звание

подпись, дата

С.Б. Вениг

инициалы, фамилия

Саратов 2019

Введение. При применении технологического оборудования высокой производительности одним из важнейших требований, предъявляемых к качественным параметрам изготавливаемой продукции, является требование однородности, характеризуемой заданным допуском. Для обеспечения этой однородности необходимо систематически следить за качеством продукции, не допуская внезапной неполадки оборудования, которая может привести к массовому браку. Однако систематический контроль не может быть сплошным, т.к. его трудоемкость превысила бы трудоемкость изготовления. Такой систематический контроль можно осуществить с помощью статистических методов, которые позволяют не только контролировать качество продукции, но и судить по нему о качестве технологического процесса, осуществляя регулирование последнего. Вторым немаловажным фактором, требующим применение статистических методов в сфере НИОКР, является выявление статистической зависимости характеристик от воздействующих факторов у объектов исследований и их способности к воспроизводимости.

Целью данной работы является изучение основных статистических методов контроля с целью анализа управляемости технологического процесса получения тонких островковых пленок олова методом термического испарения в вакууме.

На основе поставленной цели необходимо решить следующие задачи:

- изучить теоретический материал о методах статистического контроля;
- дать определения основным понятиям статистического анализа;
- изучить различные методы статистического контроля;
- изучить технологический процесс получения тонких островковых пленок олова методом термического испарения в вакууме;
- ознакомиться с интерфейсом и возможностями программ STATISTICA и Gwyddion, обработать результаты измерений отдельных зародышей материала по микрофотографиям;

- на основании визуально представленных в программе данных (гистограмм и контрольных карт) и применяемых критериев анализировать данные размеров зародышей в зависимости от изменения температуры;

- сделать итоговые выводы о возможности применения средств статистического контроля при исследовании свойств тонких островковых пленок олова, полученных при различных условиях.

Дипломная работа занимает 43 страницы, имеет 24 рисунка и 1 таблицу.

Обзор составлен по 20 информационным источникам.

Во введении рассматривается возможность применения статистических методов для анализа свойств зародышей островковых пленок олова в зависимости от способа получения пленки и воздействующих на нее дополнительных факторов, в данном случае, температуры, устанавливается цель и выдвигаются задачи для достижения поставленной цели.

Первый раздел включает в себя обзор существующих методов и видов статистического контроля качества, формулировку основных определений, Информацию о математических расчетах, на основании которых делаются выводы о качестве партии, теоретические сведения об необходимых условиях, которые должны выполняться, чтобы партия была признана годной, Так же присутствует теоретическая информация о видах нормального распределения и рекомендации о выводах, которые можно сделать на основании визуального анализа построенных графиков.

Более подробно рассматривается такой метод контроля качеств, как контрольные карты. Присутствуют теоретические сведения о видах и свойствах контрольных карт. Методы их практического применения.

Представлены теоретические сведения о процессе получения островковых пленок в целом, а также тонких островковых пленок олова, полученных методом термического испарения в вакууме. Дается информация об их физико-химических свойствах и области применения в производстве.

Во втором разделе представлена информация о технических средствах и программном обеспечении, которые использовались для анализа исследуемых процессов,

Выполняется обработка данных, на основании визуальной оценки делаются выводы о свойствах зародышей оксидных пленок олова для каждого опыта.

Основное содержание работы

Статистическое регулирование технологических процессов. Процесс производства это – деятельность или комплекс деятельности, направленный на определенный результат. Статистическое регулирование необходимо для того, чтобы процесс находился в статистически управляемом состоянии, а на основании определенного сравнительно малого количества случайно выбранных изделий можно было судить о свойствах общего объема продукции, чтобы в дальнейшем получать продукцию с конкретным набором требуемых характеристик в зависимости от необходимости [1, 2].

Контрольные карты. Дана теоретическая информация об их видах и возможности применения в каждом конкретном случае, определения основных терминов, используемых при построении контрольных карт, методы и рекомендации по визуальному анализу контрольных карт, на основании которого можно сделать выводы о свойствах выборки и качестве целой партии [3].

Теоретические сведения о процессе получения тонких островковых пленок олова. Дано определение самого понятия «тонкие пленки», озвучены предпосылки к их исследованию и методы их получения. Более подробно описан метод создания тонких островковых пленках олова, полученных путем термического напыления в вакууме. Представлена информация о физических свойствах пленок и их практическом применении в производстве [4, 5].

Технические средства и программное обеспечение, используемое для анализа исследуемых процессов. Даны сведения об используемом в процессе

анализа оборудовании и программном обеспечении. А именно, технические характеристики автоэмиссионного электронного микроскопа TESCAN MIRA 3 LMU, сведения о технических характеристиках компьютерных программ Gwyddion и STATISTICA [6-8].

Исследование свойств четырех взятых для анализа процессов получения тонких островковых пленок олова. Выполнялся анализ четырех различных процессов по получению оксидных пленок олова, при чем в двух случаях зародыши пленки подвергались дополнительному воздействию температуры 250 в течение часа.

Описание процессов производилось в табличной и графической форме, при помощи данных, полученных в результате обработки микрофотографий процессов в программе Gwyddion и полученных числовых данных в программе STATISTICA [7, 8].

Согласно данному документу алгоритм описания состоит из следующих этапов:

1. Постановка целей описания процессов.
2. Определение степени детализации процессов.
3. Сбор данных, необходимых для анализирования свойств процессов (получение микрофотографий зародышей с помощью электронного микроскопа)
4. Проведение измерений тридцати зародышей на микрофотографиях каждого из процессов в программе Gwyddion.
5. Подготовка табличной карты процессов с данными о размерах зародышей (диаметрах).
6. Занесение данных в программу STATISTICA, на основании которых в ней формируются графические модели процессов, а именно контрольные карты и гистограммы. На основании визуального анализа сделан вывод о свойствах зародышей в каждом из процессов.

Микрофотографии зародышей тонких островковых пленок олова. Для получения материала, необходимого для анализа свойств получаемых

тонких пленок, был использован автоэмиссионный электронный микроскоп TESCAN MIRA 3 LMU, были сделаны четыре микрофотографии четырех различных пленок, полученных в различных условиях. Увеличение на фотографии – 500 нМ.

Обработка данных в программе Gwyddion. В программе Gwyddion с помощью специального инструмента проведены замеры диаметров шестидесяти зародышей на каждой микрофотографии, на рисунке 1 представлен пример микрофотографии зародышей в опыте № 75.

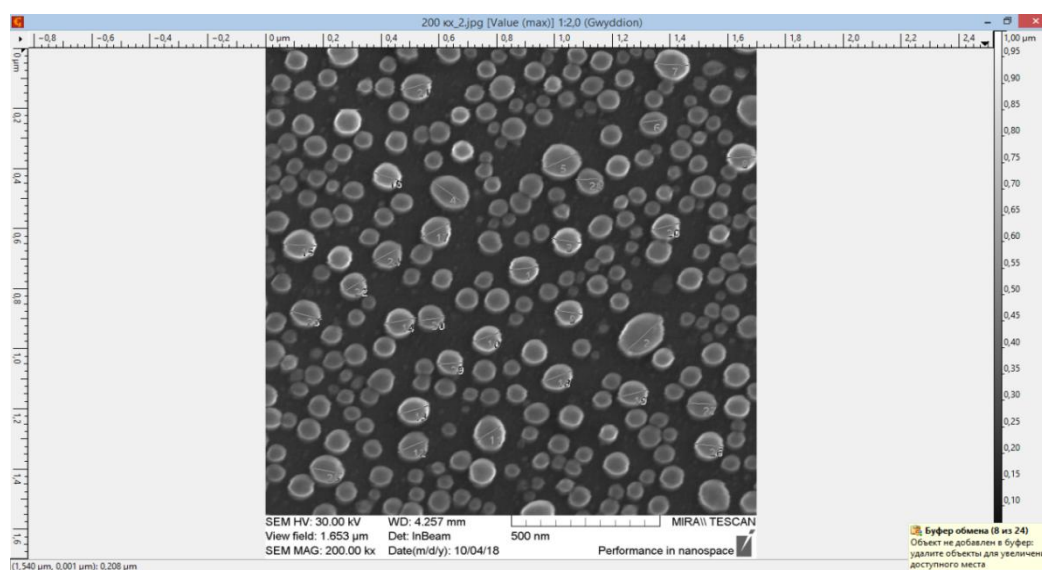


Рисунок 1 – Микрофотография зародышей тонких островковых пленок олова в процессе под номером 75, при дополнительном воздействии температуры

Данные, полученные в результате обработки в программе Gwyddion заносятся в текстовую таблицу 1.

Таблица 1 – Данные измерений диаметров зародышей

| №75 | №76 | №77 | №78 | №75 | №76 | №77 | №78 |
|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| 0,168 | 0,065 | 0,051 | 0,068 | 0,097 | 0,062 | 0,063 | 0,062 |
| 0,101 | 0,061 | 0,071 | 0,083 | 0,095 | 0,073 | 0,076 | 0,06 |
| 0,134 | 0,059 | 0,072 | 0,101 | 0,175 | 0,067 | 0,086 | 0,093 |
| 0,125 | 0,061 | 0,063 | 0,081 | 0,125 | 0,082 | 0,077 | 0,086 |
| 0,087 | 0,073 | 0,049 | 0,072 | 0,107 | 0,081 | 0,067 | 0,073 |
| 0,113 | 0,088 | 0,059 | 0,078 | 0,148 | 0,065 | 0,083 | 0,074 |
| 0,097 | 0,063 | 0,074 | 0,078 | 0,117 | 0,07 | 0,074 | 0,094 |
| 0,098 | 0,077 | 0,069 | 0,083 | 0,111 | 0,065 | 0,057 | 0,067 |
| 0,083 | 0,056 | 0,069 | 0,091 | 0,148 | 0,074 | 0,075 | 0,071 |
| 0,089 | 0,069 | 0,066 | 0,07 | 0,152 | 0,07 | 0,152 | 0,078 |

Продолжение таблицы 1

| №75 | №76 | №77 | №78 | №75 | №76 | №77 | №78 |
|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|--------|
| 0,104 | 0,053 | 0,073 | 0,087 | 0,116 | 0,079 | 0,076 | 0,0122 |
| 0,101 | 0,062 | 0,09 | 0,073 | 0,093 | 0,065 | 0,086 | 0,071 |
| 0,107 | 0,063 | 0,06 | 0,078 | 0,063 | 0,071 | 0,081 | 0,082 |
| 0,105 | 0,057 | 0,062 | 0,064 | 0,084 | 0,083 | 0,08 | 0,084 |
| 0,093 | 0,067 | 0,058 | 0,071 | 0,057 | 0,08 | 0,077 | 0,07 |
| 0,106 | 0,073 | 0,079 | 0,073 | 0,069 | 0,062 | 0,062 | 0,069 |
| 0,106 | 0,061 | 0,091 | 0,072 | 0,025 | 0,066 | 0,062 | 0,069 |
| 0,097 | 0,074 | 0,072 | 0,065 | 0,225 | 0,069 | 0,05 | 0,09 |
| 0,094 | 0,058 | 0,072 | 0,049 | 0,112 | 0,076 | 0,097 | 0,076 |
| 0,098 | 0,061 | 0,079 | 0,067 | 0,104 | 0,06 | 0,05 | 0,072 |
| 0,084 | 0,083 | 0,09 | 0,079 | 0,067 | 0,074 | 0,076 | 0,084 |
| 0,011 | 0,101 | 0,055 | 0,061 | 0,107 | 0,066 | 0,069 | 0,081 |
| 0,093 | 0,067 | 0,079 | 0,054 | 0,084 | 0,064 | 0,054 | 0,073 |
| 0,107 | 0,063 | 0,077 | 0,069 | 0,11 | 0,063 | 0,071 | 0,077 |
| 0,1 | 0,065 | 0,069 | 0,054 | 0,107 | 0,065 | 0,101 | 0,065 |
| 0,089 | 0,075 | 0,087 | 0,069 | 0,115 | 0,068 | 0,068 | 0,067 |
| 0,091 | 0,069 | 0,061 | 0,064 | 0,121 | 0,063 | 0,07 | 0,08 |
| 0,086 | 0,072 | 0,047 | 0,072 | 0,13 | 0,064 | 0,059 | 0,076 |
| 0,087 | 0,062 | 0,068 | 0,076 | 0,077 | 0,037 | 0,07 | 0,071 |

Визуализация данных выборки в программе STATISTICA.

Табличные данные заносятся в программу STATISTICA. На основании данных каждого из опытов строятся X - и MR-карты для отдельные наблюдений и скользящих размахов (рис. 2), Так как взяты числовые данные четырех не связанных между собой опытов, используются именно данные карты. Так же строятся четыре гистограммы с дополнительным проверкой показателей критерия Колмогорова-Смирнова и Лиллиефорса на нормальность и W-тестом Шапиро-Уилка (рис. 3) [9].

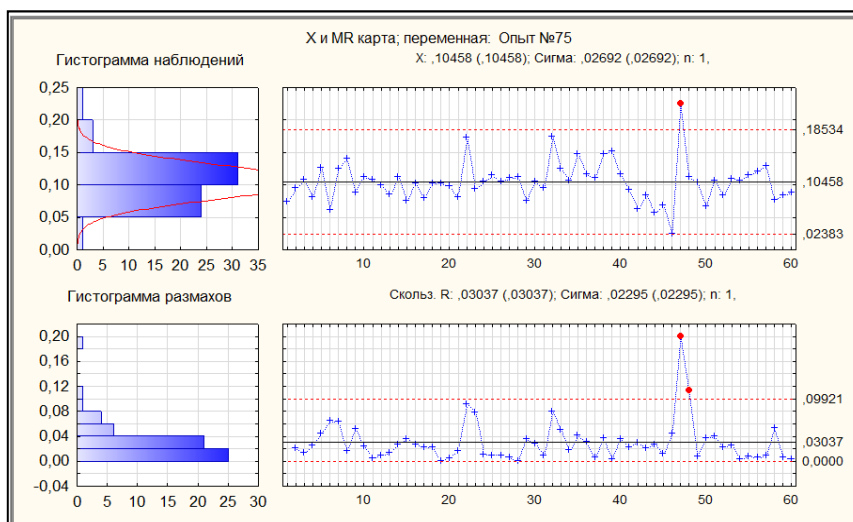


Рисунок 2 – Пример визуальной обработки данных измерений зародышей процесса под номером 75

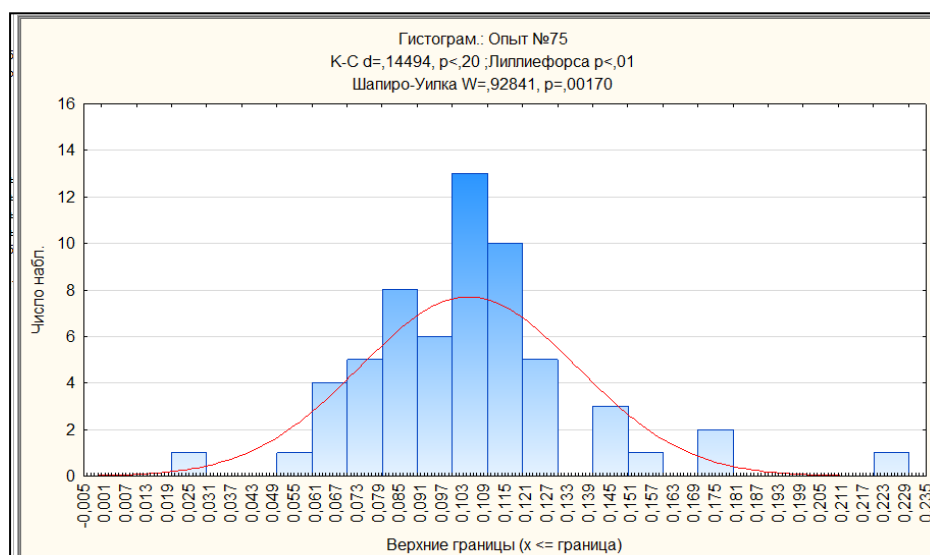


Рисунок 3 – Пример гистограммы, построенной по данным измерений зародышей процесса под номером 75, проверка с помощью критерия Лиллиефорса и Колмогорова-Смирнова

Проверка нормальности распределения

Для того, чтобы можно было сделать вывод о свойствах процесса и его статистической управляемости, необходимо, чтобы распределение показателей на гистограммах соответствовало нормальному закону, а расположение точек на контрольных картах удовлетворяло определенным условиям.

Визуальный анализ контрольных карт проводится по следующему алгоритму:

1. Условно разбить построенную карту на три зоны: **А, В, С**, в зависимости от удаленности от центральной линии.

2. Определить, сколько точек расположено в каждой из зон и в какой последовательности. Основным интерес представляют следующие алгоритмы расположения:

- 9 точек в зоне С или за ее пределами (с одной стороны от центральной линии).
- 6 точек монотонного роста или снижения, расположенные подряд.
- 14 точек подряд в "шахматном" порядке (через одну над и под центральной линией).
- 2 из 3-х расположенных подряд точек попадают в зону А или выходят за ее пределы.
- 4 из 5-ти расположенных подряд точек попадают в зону В или за ее пределы.
- 15 точек подряд попадают в зону С (по обе стороны от центральной линии).
- 8 точек подряд попадают в зоны В, А или выходят за контрольные пределы, по обе стороны от центральной линии (без попадания в зону С).

3. Определить потенциальные отклонения (несоответствия) процесса и сделать выводы об их причинах [10].

Анализ гистограмм производится как визуально, так и на основании показателей теста Шапиро-Уилка. При визуальной оценке определяется, насколько соответствуют гистограммы графику нормального распределения [11].

Заключение. В НИОКР очень важно иметь возможность заранее предугадать свойства создаваемых объектов или материалов, способность выявлять зависимость характеристик объектов от факторов, воздействующих на него в процессе производства и, как следствие, получать продукцию с набором только необходимых параметров. Другими словами, сделать так,

чтобы процесс производства стал статистически управляем. Выполнение данного условия способствует экономии материальных, человеческих и временных ресурсов. Статистические методы – оптимальный способ контроля качества. С помощью них можно проводить анализ не целой партии, а сравнительно небольшой выборки, на основании которой можно сделать выводы обо всей генеральной совокупности исследуемых объектов.

В ходе выполнения практики были получены следующие результаты:

- рассмотрены основные статистические методы контроля качества процессов

- изучена возможность применения контрольных карт

- изучен технологический процесс получения тонких островковых пленок олова методом термического испарения в вакууме

- изучены возможности применения программного обеспечения Gwyddon и STATISTICA для автоматизации процессов систематизации и анализа данных, а также визуализировать данные в виде гистограмм и контрольных карт, что существенно сокращает время, необходимое для обработки статистических данных и дает дополнительные возможности для оценки качества партии контролируемых изделий.

- сделаны замеры отдельных зародышей на микрофотографиях четырех различных процессов, в двух из которых на зародыши островковых пленок дополнительно оказывалось воздействие температурой в течение продолжительного времени.

- произведена статистическая обработка данных и построение по ним контрольных карт и гистограмм

- произведена оценка изменчивости параметров зародышей, а именно, диаметра, в четырех процессах при различных окружающих условиях, а именно, протекающих при различной температуре.

По результатам визуального и статистического анализа данных можно судить о том, что процесс получения оксидных пленок статистически управляем и однороден.

Сравнение результатов анализа говорит о малой разнице между размерами зародышей во всех случаях, что может свидетельствовать о том, что воздействие температуры не повлияло на процесс формирования зародышей. Также, данную ситуацию можно объяснить малым количеством измеренных зародышей, затруднительно сделать выводы об общих характеристиках оксидных пленок в каждом конкретном случае, основываясь лишь на микрофотографиях участков пленки очень малых размеров. Особое внимание следует обратить на процесс № 75, так как визуальный анализ микрофотографии этого опыта выявляет различие в диаметрах зародышей и их концентрации в данном опыте в сравнении с прочими, в которых данные более однородны. Анализ контрольных карт и гистограмм подтверждает нестабильность процесса. Для более точного анализа необходимо сделать больше микрофотографий для каждого из процессов, желательно, различных и удаленных между собой участков пленки, и провести измерения как диаметров как можно большего числа зародышей на фотографиях. В таком случае, исследуемые выборки можно будет считать репрезентативными, другими словами, на основании выборок получится сделать более точные выводы о свойствах всех исследуемых тонких пленок и их зависимости от воздействия температуры.

Список использованных источников

1 Р 50–601–32–92. Рекомендации. Система качества. Организация внедрения статистических методов управления качеством продукции на предприятии. – М. : Изд-во стандартов, 1992. – 21 с.

2 Ефимов, В. В. Статистические методы в управлении качеством продукции: учебное пособие / В. В. Ефимов. – Ульяновск : УлГТУ, – 2003. – 134 с.

3 ГОСТ Р 50 779.42–99. Статистические методы. Контрольные карты Шухарта. – М. : Изд-во стандартов, 1999. – 32 с.

4 Сидорова, С. В. Экспериментальные исследования островковых наноструктур в вакууме / С. В. Сидорова // Сб. трудов 3 Всеросс. школы-

семинара студентов, аспирантов и молодых ученых по напр. «Наноинженерия». – 2010. – С. 126–129.

5 Майссел, Л. Технология тонких пленок. Справочник. В 2 т. Т. 2. // под ред. М. И. Елинсона, Г. Г. Смолко. – М. : «Сов. Радио». 1977. – 768 с.

6 «Автоэмиссионный электронный микроскоп TESCAN MIRA 3 LMU» [Электронный ресурс] // Институт высокотемпературной электрохимии УрО РАН [Электронный ресурс] : [сайт]. - URL: http://www.ihte.uran.ru/?page_id=1423 (дата обращения 03.01.2019). - Загл. с экрана. - Яз. рус.

7 «Gwyddion — Отображение и анализ данных СЗМ» [Электронный ресурс] // Руководство пользователя Gwyddion [Электронный ресурс] : [сайт]. - URL: <http://gwyddion.net/documentation/user-guide-ru/gwyddion.html> (дата обращения 07.05.2019). - Загл. с экрана. - Яз. рус.

8 «STATISTICA Help» [Электронный ресурс] // STATISTICA Help includes examples, overviews of data analysis and predictive analytics options and tips for optimizing your work [Электронный ресурс]: [сайт]. - URL: <http://documentation.statsoft.com> (дата обращения: 03.01.2019). – Загл. с экрана. – Яз. рус.

9 Боровиков В. П. *STATISTICA*. Искусство анализа данных на компьютере, 2-е издание / В. П. Боровиков. – СПб. : Питер, 2003. – 700 с.

10 Пашкевич, О. И. Статистическая обработка эмпирических данных в системе STATISTICA : учеб. метод. пособие / О. И. Пашкевич. – Минск : РИПО, 2007. – 148 с.

11 Адлер Ю. П. Контрольные карты Шухарта в России и за рубежом // Ю. П. Адлер. – М. ; 2011. – № 7 – С. 82 - 87. 19 Мицель, А. А Прикладная математическая статистика. Практические работы / А. А. Мицель. – Томск : ТУСУР. – 2015. 81с.