

WEIBULLOVA IN DRUGE PORAZDELITVE TRDNOSTI KERAMIČNIH MATERIALOV

Lovro Gorjan^{1, 2}, Milan Ambrožič³

ZNANSTVENI ČLANEK

¹Institut »Jožef Stefan«, Jamova 39, 1000 Ljubljana

²Hidria AET, d. o. o., Podlubinjska 89a, 5220 Tolmin

³Univerza v Mariboru, Fakulteta za naravoslovje in matematiko, Koroška 160, 2000 Maribor

POVZETEK

Meritve upogibne trdnosti keramičnih vzorcev navadno analiziramo z dvoparametrično Weibullovo porazdelitveno funkcijo. Ker pomeni lomljenje testnih vzorcev za kontrolo kakovosti serijske proizvodnje izdatek, si ne moremo privoščiti prevelikega števila vzorcev. Pri majhnem številu vzorcev (manj od 30) pa postane zanesljivost ocene Weibullovih prostih parametrov dokaj omejena, razen tega pa ne moremo z gotovostjo izključiti kake druge porazdelitve, na primer Gaussove, posebno če je porazdelitev ozka. Vendar pa se je v več letih proizvodnje keramičnih izdelkov in meritev trdnosti vzorcev v tolminskem podjetju nabralo veliko število podatkov, tako da lahko na njihovi osnovi zanesljivo potrdimo veljavnost Weibullove porazdelitve.

Ključne besede: Weibullova porazdelitev, upogibna trdnost, metoda maksimalne verjetnosti, diagram Q-Q

Weibull and other strength distributions of ceramic materials

ABSTRACT

Measurements of the bend strength of ceramic samples are usually analysed with the two-parameter Weibull distribution function. Since the breaking of test samples for the quality control of serial production means cost, we cannot afford a too large number of samples. However, for a small number of samples (less than 30) the reliability of the estimation of free Weibull parameters is rather limited; in addition we cannot disregard with certainty other possible distributions, such as Gaussian, particularly when the distribution is narrow. But in several years of manufacturing ceramic products and strength measurements in the company from Tolmin a large amount of data has been gathered, and on their basis we can reliably confirm the validity of the Weibull distribution.

Keywords: Weibull distribution, bend strength, maximum likelihood method, Q-Q diagram

1 UVOD

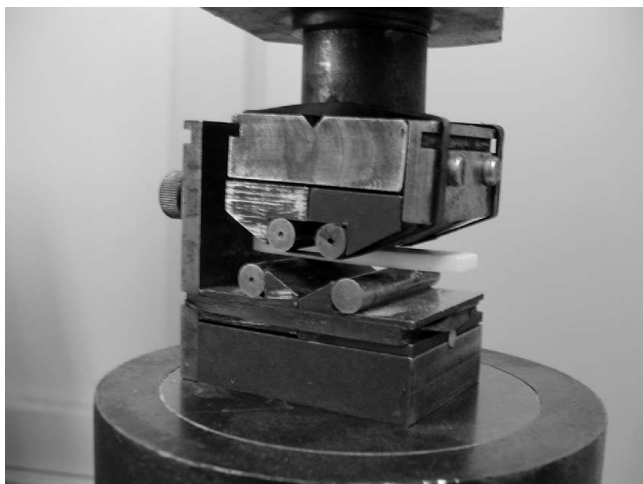
Weibullova porazdelitev je znana že od sredine prejšnjega stoletja in je osnovana na principu »najšibkejšega člena«, to je, material oz. izdelek se zlomi, ko popusti njegov najšibkejši del [1]. Weibullova porazdelitvena funkcija, ki v najosnovnejši obliki vsebuje dva prosta parametra, Weibullov modul in karakteristični parameter, je bila nešteto krat eksperimentalno potrjena na različnih področjih: od mikroelektronskih komponent do gradbenih materialov. V znanosti o materialih se na področju krhkih strukturnih materialov, kot je keramika, Weibullova porazdelitev veliko uporablja za karakterizacijo merjenj trdnosti. Zanesljivost in uporabnost te porazdelitve je bila preverjena za zelo širok razpon eksperimentalnih pogojev in podprta s teoretičnimi raziskavami [2–10].

Priljubljena teoretično-raziskovalna metoda je simulacija Monte Carlo, pri kateri si pomagamo z računalniškim generatorjem naključnih števil med 0 in 1, o čemer smo v Vakuumistu že pisali [11]. Navadno uporabimo simulacijo Monte Carlo za to, da iz vnaprej danih prostih parametrov (npr. obeh Weibullovih parametrov) ustvarimo povsem teoretične vrednosti naključne spremenljivke, in sicer toliko, kolikor jih hočemo (lahko na milijone zaradi velike hitrosti računalnikov), brez kakršnega koli eksperimenta. Druga zanimiva možnost pa je, da iz velike množine eksperimentalnih vrednosti trdnosti z uporabo generatorja naključnih števil dobimo serijo naključnih končnih grup podatkov in preverjamo zanesljivost statističnih napovedi na osnovi takšnih grup.

V tem prispevku opisujemo statistično obdelavo 5100 izmerjenih trdnosti keramičnih vzorcev iz korundne keramike (Al_2O_3), kombinirano s simulacijami Monte Carlo [12–14]. Za oceno obeh Weibullovih parametrov iz omejenega vzorca meritev se največ uporabljata metoda linearne regresije (LR) in metoda maksimalne verjetnosti (angl. *maximum likelihood*, ML), in vsaka od njiju ima svoje prednosti in slabosti. Tu se omejimo na uporabo metode ML, metodo LR za primerjavo pa le na kratko orišemo. Weibullovo porazdelitev bomo primerjali z nekaj drugimi alternativami: normalno, log-normalno in gama-porazdelitvijo. Pri vizualizaciji rezultatov, ko gre za direktno primerjavo med izmerjenimi vrednostmi trdnosti in teoretičnimi vrednostmi, ki nam jih podajata ocenjena parametra, bomo uporabljali verjetnostne diagrame Q-Q (Q – *quantile*), katerih pomen bomo podrobneje opisali v nadaljevanju.

2 EKSPERIMENT

Keramični izdelki iz aluminijevega oksida (Al_2O_3) z gostoto 95 % teoretične vrednosti so bili narejeni v podjetju Hidria AET, d. o. o., z nizkotlačnim injekcijskim brizganjem v kalupe [14]. Začetni material za injekcijsko brizganje je bil iz dveh prahov: 96 % Al_2O_3 ($d_{10} = 0,7 \mu\text{m}$, $d_{50} = 1,9 \mu\text{m}$, $d_{90} = 4,2 \mu\text{m}$) in 4 % masnega deleža materiala na osnovi silicijevega oksida ($d_{10} = 0,7 \mu\text{m}$, $d_{50} = 4,8 \mu\text{m}$, $d_{90} = 9,5 \mu\text{m}$) za lažje sintranje. Številke v oklepajih podajajo premere delcev, pri katerih doseže kumulativna velikostna porazdelitev vrednosti 10 %, 50 % in 90 % (šteto od



Slika 1: Fotografija 4-točkovnega upogibnega preizkusa (naprava podjetja Instron)

najmanjših delcev navzgor). Keramika je bila pripravljena s sintranjem tri ure pri temperaturi 1 640 °C. Za kontrolo kakovosti je bilo v vsaki seriji zlomljenih po 12 testnih vzorcev v obliki kvadra dimenzij 4 mm × 3 mm × 45 mm. Upogibno trdnost σ pri 4-točkovnem preizkusu smo izračunali takole [15, 16]:

$$\sigma = \frac{3F(L_Z - L_N)}{2ah^2} \quad (1)$$

kjer je F zlomna sila, $L_Z = 40$ mm razmik med zunanjsima nosilnima valjčkoma (na njiju sloni poravnan vzorec), $L_N = 20$ mm pa razmik med notranjsima valjčkoma, s katerima vzorec obremenjujemo. Širina vzorca je $a = 4$ mm, debelina pa $h = 3$ mm, kot smo že omenili, dolžina pa se v enačbi za trdnost ne pojavlja.

Slika 1 prikazuje značilno geometrijo 4-točkovnega upogibnega testa.

3 STATISTIČNI MODEL IN GRAFIČNA PONAŽORITEV

Naša statistična (naključna) spremenljivka je 4-točkovna upogibna trdnost (na kratko trdnost), σ . V računih uporabimo obe porazdelitveni funkciji: verjetnostno gostoto $p(\sigma)$ in kumulativno verjetnostno funkcijo:

$$P(\sigma) = \int_0^{\sigma} p(x) dx$$

Obe funkciji za vse štiri primerjane porazdelitve so podane spodaj.

3.1 Postopek za oceno veljavnosti teoretične porazdelitve

Veljavnost (primernost, natančnost) izbrane teoretične porazdelitve za neki nabor eksperimentalnih podatkov lahko ocenimo z verjetnostnimi diagrami

Q–Q. Vizualizacija primerjave teoretične porazdelitve z eksperimentom ima večjo vrednost kot samo goli podatek (številka, indeks itd.), ki nam pove kvantitativno ujemanje teorije z meritvami. Postopek za to lahko nekako razdelimo na naslednje štiri korake:

1) Prosta parametra (vsaka od štirih obravnavanih porazdelitev ima po dva) neke porazdelitvene funkcije izračunamo z metodo ML. N (v našem primeru 5 100) izmerjenih trdnosti, σ_i , $i = 1-N$ vstavimo v verjetnostno gostoto $p(a, b; \sigma)$, kjer sta a in b prosta parametra. Z ML-proceduro poiščemo maksimum naslednje funkcije z variacijo parametrov a in b :

$$Y = \ln \left(\prod_{i=1}^N p(a, b; \sigma_i) \right) = \sum_{i=1}^N \ln p(a, b; \sigma_i) \quad (2)$$

tako da sta parcialna odvoda funkcije Y po a in b enaka nič. Tako dobimo oba parametra: v nekaterih primerih ju lahko izračunamo analitično, pri nekaterih porazdelitvah pa moramo ustrezne enačbe rešiti numerično. V enačbi (2) smo torej uporabili naravni logaritem verjetnostne gostote p , npr. logaritem funkcije (5a) spodaj, itd.

2) Eksperimentalne trdnosti σ_i uredimo po velikosti od najmanjše do največje. Potem dodelimo vsaki vrednosti σ_i kumulativno verjetnost (P_i) glede na standard [15, 16]:

$$P_i = \frac{i - 0,5}{N} \quad (3)$$

Vrednost P_i je blizu ulomku i/N , in preprost razmislek pokaže, da to res ustreza kumulativni verjetnosti, kjer je med N vrednostmi i -ta vrednost na i -tem mestu. V literaturi se uporabljajo še druge preproste funkcije P_i namesto (3), vendar se pri velikem številu vzorcev pokaže, da je končni rezultat neodvisen od tega, katero od njih izberemo.

3) Za vsako po prejšnji točki izračunano vrednost P_i naredimo obrat funkcije $P_i(a, b; \sigma)$ in tako izračunamo trdnost σ ; to je teoretično simulirana trdnost, zato jo označimo s simbolom $\sigma_{i,th}$. Pri tem računu si torej pomagamo s kumulativno verjetnostno funkcijo, npr. (5b) spodaj, uporabimo pa vrednosti parametrov a in b , ki smo ju dobili v prvem koraku celotnega postopka.

4) V zadnjem koraku uporabimo diagram Q–Q za vizualizacijo ujemanja teoretično napovedanih posameznih trdnosti z izmerjenimi vrednostmi, hkrati pa izračunamo korelacijski koeficient ali tako imenovani R^2 -faktor. Naš diagram Q–Q ni povsem v skladu z natančno definicijo, vendar pa je v bistvu podoben in precej enostavnejši za razumevanje in uporabo; več informacij o Q–Q in njim analognih diagramih P–P lahko bralec najde na spletu. Vsakemu »teoretično-eksperimentalnemu« paru trdnosti ($\sigma_{i,th}, \sigma_i$) ustreza točka v diagramu z absciso $\sigma_{i,th}$ in ordinato σ_i . Če je

ujemanje teorije z eksperimentom zelo dobro, potem ležijo vse te točke blizu simetrale kvadranta, ki oklepa kot 45° z vodoravno osjo (premica $y = x$). Faktor R^2 nam to ujemanje poda kvantitativno:

$$R^2 = 1 - \frac{\sum_{i=1}^N (\sigma_i - \sigma_{i,th})^2}{\sum_{i=1}^N (\sigma_i - \langle \sigma_i \rangle)^2} \quad (4)$$

kjer $\langle \sigma_i \rangle$ pomeni povprečno vrednost eksperimentalnih (izmerjenih) trdnosti. Pri natančnem ujemanju velja $R^2 = 1$.

3.2 Štiri porazdelitve

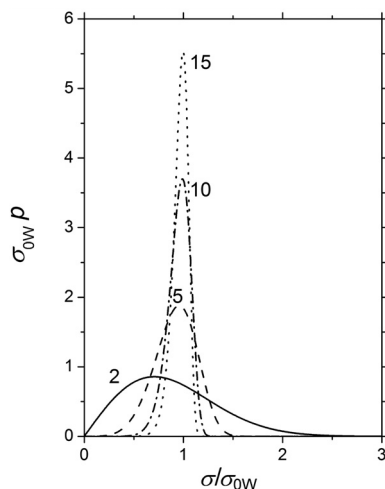
Enega od obeh parametrov za vse štiri porazdelitve bomo označili podobno: σ_{0W} , σ_{0N} , σ_{0LN} ali σ_{0G} (gl. spodaj), zato da bi poudarili njegov podoben pomen v vseh primerih. Ta parameter ima fizikalno dimenzijo trdnosti (paskal) in je sorazmeren s pričakovano vrednostjo trdnosti. Porazdelitve so omejene na fizikalno smiselne pozitivne trdnosti, vključno z vrednostjo nič. Izjema je le normalna porazdelitev s teoretično možnimi negativnimi trdnostmi, kar pa nima praktičnih posledic, saj je verjetnost za negativen interval trdnosti povsem zanemarljiva.

a) Weibullova porazdelitev

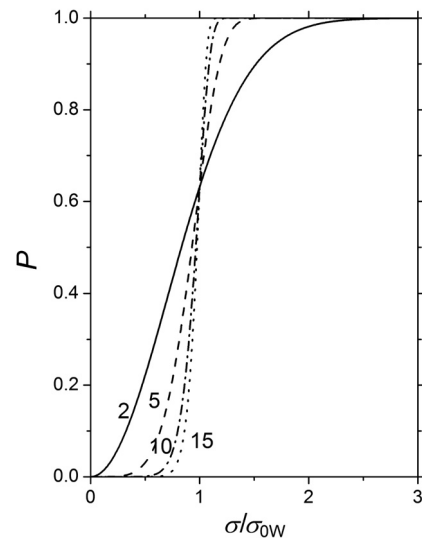
Pri Weibullovi porazdelitvi sta obe verjetnostni funkciji, p in P (sliki 2 in 3), enaki:

$$p(\sigma) = \frac{m}{\sigma_{0W}} \left(\frac{\sigma}{\sigma_{0W}} \right)^{m-1} \cdot \exp \left(- \left(\frac{\sigma}{\sigma_{0W}} \right)^m \right) \quad (5a)$$

$$P(\sigma) = 1 - \exp \left(- \left(\frac{\sigma}{\sigma_{0W}} \right)^m \right) \quad (5b)$$



Slika 2: Grafi funkcije $p(\sigma)$ Weibullove porazdelitve za različne module m : 2 (polna črta), 5 (črtkana črta), 10 (črtkano pikčasta črta) in 15 (pikčasta črta)



Slika 3: Grafi funkcije $P(\sigma)$ Weibullove porazdelitve za enake module m kot pri sliki 2

z Weibullovim modulom m in karakterističnim parametrom σ_{0W} .

Pri sliki 2 smo spremenljivki delili oz. zmnožili s karakterističnim parametrom σ_{0W} , da bi ju pretvorili v brezdimenzijsko obliko in hkrati izločili vpliv tega parametra na obliko grafov. Čim večji je modul m , tem višji in ožji je maksimum grafa. S slike 3 pa je razvidno, da čim večji je modul m , tem strmejši je prehod grafa od verjetnosti nič do ena.

Ker je Weibullova porazdelitev tako pomembna pri opisu mehanskih lastnosti keramičnih strukturnih materialov, jo opišimo nekoliko podrobneje kot druge tri porazdelitve. Dobri keramični materiali imajo visok Weibullov modul m , na primer 10 ali celo 20. V tem primeru se povprečna trdnost vzorcev ne razlikuje bistveno od karakterističnega parametra σ_{0W} [11]. Relativna standardna deviacija, to je razmerje med standardno deviacijo in pričakovano vrednostjo trdnosti, pa je odvisna samo od parametra m : čim višji je m , tem manjša je relativna standardna deviacija trdnosti, kar je za zanesljivost keramičnih izdelkov želena lastnost. Torej si pri izdelavi keramičnih izdelkov želimo doseči čim večjo vrednost obeh parametrov, m in σ_{0W} .

Proizvajalec keramičnih izdelkov si želi ne samo tega, da bi bila njihova povprečna trdnost čim večja. Pravzaprav mu je pomembnejše, da je verjetnost za nastanek slabih izdelkov, to je takšnih, ki se zlomijo že pri mehanskih napetostih, precej manjših od povprečne trdnosti, zanemarljiva oziroma čim manjša. Da bi nazorno prikazali zvezo med Weibullovim modulom in verjetnostjo za zlom izdelkov pri različnih obremenitvah, vzemimo kar vrednost obeh Weibullovih parametrov iz **tabele 2** spodaj: $m = 9,048$ in $\sigma_{0W} = 305,54$ MPa. V **tabeli 1** podajamo na osnovi funkcije (5b) izračunano verjetnost, da se bo

naključno izbran vzorec zlomil pri manjši mehanski napetosti, kot je zapisana. Ugotovimo, da se ta verjetnost zelo hitro zmanjšuje, ko napetost zmanjšamo bistveno pod vrednost karakterističnega parametra σ_{0W} . Za primerjavo vzamemo še precej manjši Weibullov parameter, $m = 5$ (dokaj slab material), ali pa večjega, $m = 15$, pri enakem karakterističnem parametru.

Tabela 1: Verjetnost za zlom naključnega vzorca pri mehanskih napetostih pod podano napetostjo za tri različne vrednosti Weibullovega modula, izračunana z enačbo (5b)

Napetost / MPa	Verjetnost za zlom pod podano napetostjo / % $m = 5$	$m = 9,048$	$m = 15$
305,54	63,21	63,21	63,21
300	59,85	57,15	53,23
280	47,60	36,49	23,66
260	35,99	20,72	8,50
240	25,85	10,64	2,64
220	17,60	4,99	0,72
200	11,32	2,14	0,17

Pogled na tabelo je res poučen. Pričakovana vrednost trdnosti $\langle\sigma\rangle$ se v vseh treh primerih ne razlikuje bistveno. Izračunamo jo po enačbi:

$$\langle\sigma\rangle = \sigma_{0W} \cdot \Gamma(1+1/m),$$

kjer je Γ matematična funkcija gama; tako dobimo vrednost $\langle\sigma\rangle = 280,54$ MPa pri $m = 5$, vrednost 289,41 MPa pri $m = 9,048$ in vrednost 295,05 MPa pri $m = 15$. Veliko bolj se z Weibullovim modulom spremeni širina porazdelitve, to je standardna deviacija [11], to pa se izraža tudi v porazdelitveni funkciji $P(\sigma)$ v enačbi (5b). Poglejmo na primer zadnjo vrstico **tabele 1:** pri našem materialu z $m = 9,048$ je verjetnost za zlom izdelkov in vzorcev pri manjši napetosti kot 200 MPa malo več kot dva odstotka. Če bi nam uspelo pri proizvodnji doseči večji modul, $m = 15$, potem bi padla ta verjetnost na samo slaba dva promila. Nasprotno, pri $m = 5$ je ta verjetnost nekaj več kot 11 %, in to utegne biti za proizvajalca in seveda tudi naročnika nesprejemljivo. V praksi so najbolj problematični izdelki z najnižjo trdnostjo v seriji in zanje si želimo, da je verjetnost za zlom pri sorazmerno majhnih obremenitvah čim manjša.

b) Normalna (Gaussova) porazdelitev

Tu sta funkciji p in P :

$$p(\sigma) = \frac{1}{\delta\sqrt{2\pi}} \cdot \exp\left(-\frac{1}{2}\left(\frac{\sigma - \sigma_{0N}}{\delta}\right)^2\right) \quad (6a)$$

$$P(\sigma) = \frac{1}{2}\left(1 + \operatorname{erf}\left(\frac{\sigma - \sigma_{0N}}{\delta}\right)\right) \quad (6b)$$

s preprostim pomenom obeh parametrov: σ_{0N} je povprečna (pričakovana) trdnost, δ pa njena standardna deviacija. V enačbi za funkcijo $P(\sigma)$ pomeni

erf znano in v raznih programskih orodjih (Mathematica, Excel itd.) tabelirano *error* funkcijo.

c) Log-normalna porazdelitev

Ime log-normalna porazdelitev pove, da pri njej niso normalno (po Gaussovi porazdelitvi) porazdeljene trdnosti same, temveč njihovi naravni logaritmi. Natančni bralec bi se lahko vprašal, kako lahko sploh govorimo o logaritmu neke količine s fizikalno enoto, npr. s paskali za trdnost. Vendar podrobnejši matematični premislek pokaže, da ko izberemo isto enoto za vse vrednosti trdnosti, lahko na enoto pozabimo in računamo dalje samo s številom pred njo. Lahko bi za porazdelitveni funkciji pisali neposredno kar enačbi (6) za normalno porazdelitev, samo namesto σ bi morali kot spremenljivko pisati $\ln \sigma$. Vendar pa pišimo zaradi doslednosti tudi tu obe funkciji za direktno spremenljivko σ :

$$p(\sigma) = \frac{1}{\sigma} \frac{1}{w\sqrt{2\pi}} \cdot \exp\left(-\frac{1}{2}\left(\frac{\ln \sigma - \ln \sigma_{0LN}}{w}\right)^2\right) \quad (7a)$$

$$P(\sigma) = \frac{1}{2}\left(1 + \operatorname{erf}\left(\frac{\ln \sigma - \ln \sigma_{0LN}}{w}\right)\right) \quad (7b)$$

Opazimo dodatni faktor $1/\sigma$ v enačbi (7a) za $p(\sigma)$, če ga primerjamo z enačbo (6a) za normalno porazdelitev. Enačba (7b) za kumulativno funkcijo P pa je v bistvu enaka kot (6b), ker gre za verjetnost samo, ne za njeno gostoto.

č) Gama-porazdelitev

Pri gama-porazdelitvi sta obe funkciji:

$$p(\sigma) = \frac{1}{\sigma_{0G}^k \cdot \Gamma(k)} \cdot \sigma^{k-1} \cdot \exp\left(-\frac{\sigma}{\sigma_{0G}}\right) \quad (8a)$$

$$P(\sigma) = \frac{1}{\Gamma(k)} \int_0^{\sigma/\sigma_{0G}} t^{k-1} \cdot \exp(-t) dt \quad (8b)$$

z brezdimenzijskim parametrom k in karakterističnim parametrom σ_{0G} . P smo zapisali kar po definiciji z integralom, ker nima analitičnega zapisa; v enačbi (8b) smo uporabili tudi znano gama-funkcijo Γ (tudi tabelirano v marsikaterem računalniškem orodju) kot funkcijo parametra k .

3.3 Metoda linearne regresije (LR)

Metoda LR je poleg metode ML drug pogosto uporabljen način ocene Weibullovih parametrov iz meritev trdnosti relativno majhnega števila vzorcev. Medtem ko za izračun parametrov m in σ_{0W} pri ML-metodi uporabimo verjetnostno gostoto $p(\sigma)$ iz enačbe (5a), uporabimo pri metodi LR kumulativno funkcijo $P(\sigma)$ iz enačbe (5b). Koncept LR je matematično nekoliko nazornejši kot pri metodi ML.

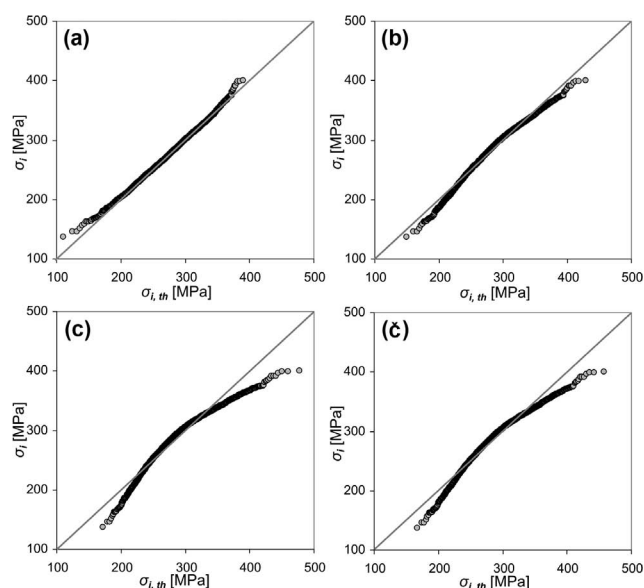
Najprej izmerjene vrednosti trdnosti uredimo po velikosti, od najmanjše do največje, in jih potem indeksiramo z oznako σ_i , $i = 1$ do N . Potem uporabimo preprosto funkcijo za oceno ustrezne verjetnosti P_i , kot npr. v zgoraj zapisani enačbi (3). Nazadnje pa izračunamo oba parametra tako, da se funkcija (5b) najbolje prilega vsem N parom vrednosti (σ_i , P_i). To najlažje storimo tako, da prej zvezo (5b) zapišemo v linearni obliki:

$$\ln \ln \frac{1}{1-P} = m \ln \sigma - m \ln \omega_{0W} \quad (9)$$

Izraz na levi strani enačbe (9) označimo kot spremenljivko y , za neodvisno spremenljivko pa vzamemo $x = \ln \sigma$. Tako dobimo linearno funkcijo, če namesto parov (σ_i , P_i) vzamemo ekvivalentne pare (x_i , y_i), koeficient premice pa je kar enak Weibullovi modulu m . Postopek za iskanje linearne funkcije, ki se najbolje prilega dani množici točk, je preprost. Definiramo lahko tudi korelacijski koeficient, ki pove, kako dobro se točke prilegajo premici, tako pa lahko tudi ugotovimo, ali se eksperimentalna porazdelitev trdnosti dobro sklada z Weibullovo statistiko. Naj poudarimo še, da pri metodi LR minimiziramo vsoto kvadratov razdalj vseh točk do premice, pri tem pa imamo tri možnosti: gledamo lahko vertikalne, horizontalne ali pa pravokotne razdalje točk do premice. Seveda, če je točk veliko in se relativno dobro prilegajo premici, je rezultat za dobljena parametra praktično neodvisen od tega, katere razdalje gledamo.

4 REZULTATI IN DISKUSIJA

Podajamo rezultate na osnovi 5 100 izmerjenih trdnosti, to je 425 proizvodnih ciklov po 12 testnih



Slika 4: Diagrami Q–Q za vse štiri porazdelitve: (a) Weibullove, (b) normalne, (c) log-normalne in (č) gama

vzorcev za zlom. Povprečna trdnost (aritmetična sredina vseh 5 100 vrednosti) je $\langle \sigma \rangle = 289,56$ MPa. Ta vrednost ni natančno enaka zgoraj izračunani in omenjeni vrednosti 289,41 MPa na osnovi izračunanih parametrov za Weibullovo statistiko. **Tabela 1** prikazuje oba ocenjena parametra vsake porazdelitve na osnovi metode ML, razen tega pa še faktor R^2 , ki je največji pri Weibulovi porazdelitvi. Pri tej porazdelitvi se točke diagrama Q–Q najlepše prilegajo premici $y = x$ (slika 4).

Tabela 2: ML-parametra in faktor R^2 za štiri porazdelitve

Porazdelitev	1. parameter	2. parameter	R^2
Weibullova	$m = 9,048$	$\sigma_{0W} = 305,54$ MPa	0,9984
Normalna	$\delta = 37,49$ MPa	$\sigma_{0N} = 289,56$ MPa	0,9855
Log-normalna	$w = 0,1372$	$\sigma_{0LN} = 286,86$ MPa	0,9468
Gama	$k = 55,60$	$\sigma_{0G} = 5,208$ MPa	0,9645

Omenimo samo še, da smo poleg obdelave 5 100 eksperimentalnih rezultatov naredili zelo veliko numeričnih simulacij Monte Carlo, kjer smo med drugim pokazali, da se z naraščanjem velikosti testne grupe vzorcev zanesljivost napovedi parametrov Weibullove in drugih statistik hitro povečuje. Na primer, za majhno število vzorcev metoda ML sistematično (v povprečju) nekoliko preceni vrednost Weibullovega parametra m , medtem ko je vrednost izračunanega karakterističnega parametra nekoliko premajhna. Vendar pade že pri 50 vzorcih sistematična napaka precenitve Weibullovega modula na nekaj odstotkov; razen tega jo lahko v okviru standarda odpravimo z znanim korekcijskim faktorjem glede na testno število vzorcev.

Hkrati pa se moramo zavedati, da obstaja poleg te sistematične napake, ki je v bistvu napaka ocenjevalne metode same, še naključna napaka ocene m . Praktično pomeni ta naključna napaka tole: Če iz velike serije narejenih izdelkov naključno vzamemo majhno skupino testnih vzorcev, ki imajo v povprečju nekoliko višjo trdnost kot celotna serija, bomo zaradi te naključnosti dobili nekoliko previsok Weibullov modul m ; nasprotno dobimo za nekoliko manj trdne naključne vzorce nekoliko premajhno vrednost m v primerjavi s celotno serijo izdelkov. To naključno napako zmanjšamo na zanemarljivo vrednost šele pri več sto testnih vzorcih, kar pa je seveda zaradi stroškov povsem nesprejemljivo. Tako se moramo vedno zadovoljiti z omejeno natančnostjo ocene najpomembnejšega parametra Weibullove porazdelitve, to je Weibullovega modula m .

Še nekaj lahko ugotovimo: z mnogokrat (npr. milijonkrat) ponovljeno numerično simulacijo trdnosti dobimo vsakič nekoliko drugačno vrednost m , ker pač vsakič dobimo drugačne trdnosti za določeno število vzorcev. Izkazuje se, da je porazdelitev tako dobljenih

vrednosti parametra m log-normalna (enako velja tudi za karakteristični parameter). Iz te porazdelitve še najlaže ocenimo zanesljivost računanja parametra m za omejeno število vzorcev. Do log-normalne porazdelitve obeh parametrov pridemo tudi, če zelo veliko množico izmerjenih trdnosti velikokrat naključno porazdelimo v majhne testne skupine, za kar spet uporabimo računalnik in njegov generator naključnih števil.

Za primerjavo smo vzeli prvih 1 000 meritev od vseh 5 100 in izračunali Weibullova parametra z obeh metodama, ML in LR. Dobili smo nekoliko različni vrednosti Weibullovega modula: $m = 9,08$ pri metodi ML in $m = 9,11$ pri metodi LR. Obe vrednosti sta samo nekoliko večji kot vrednost 9,048 za ML metodo za vseh 5 100 vzorcev. Kot smo omenili, je iz simulacij Monte Carlo znano, da za majhno število vzorcev ML-metoda daje nekoliko prevelike vrednosti m , LR-metoda pa nekoliko premajhne. Vendar velja to v povprečju za veliko število ponovitev serij, zato ni nič narobe, da smo dobili v našem primeru pri metodi LR nekoliko večji m kot pri ML.

Velja še poudariti, da tu ne gre za sistematično napako, temveč za majhno naključno napako ocene m , saj imamo 1 000 vzorcev. Če vzamemo razliko ML-vrednosti $m = 9,08$ pri $N = 1 000$ in $m = 9,05$ pri $N = 5 100$, ocenimo negotovost ocene m na tri promile pri $N = 1 000$. Če pa upoštevamo izid LR-metode, je negotovost dvakrat večja. Čeprav je za majhno število vzorcev ocena karakterističnega parametra navadno bolj zanesljiva kot ocena Weibullovega modula, pa v našem primeru za 1 000 vzorcev ni tako. Pri obeh metodah, LR in ML, smo za 1 000 meritev sicer dobili enako vrednost, $\sigma_{0w} = 316,48$ MPa, kar pa nam da napako okrog 4 % glede na vrednost 305,54 MPa za 5 100 meritev.

Vzrok za takšno sorazmerno veliko napako pa je najbrž drugje in je povezan s stalno dilemo proizvajalcev glede kontrole kakovosti izdelkov. Ena stvar je namreč ocena statističnih parametrov za relativno

kratko časovno obdobje (1 000 vzorcev), čeprav gre za več proizvodnih serij, druga pa za veliko daljše obdobje (5 100 vzorcev!), ko lahko kvaliteta proizvodnje počasi variira zaradi različnih vzrokov.

5 SKLEP

S primerjavo štirih različnih teoretičnih porazdelitev in 5 100 izmerjenih upogibnih trdnosti keramičnih vzorcev iz aluminijevega oksida smo pokazali, da meritve najboljše opisuje dvoparametrična Weibullova porazdelitev. Faktor R^2 , povezan z diagrami Q-Q na osnovi prostih parametrov, ocenjenih z metodo maksimalne verjetnosti (ML), je pri Weibullov porazdelitvi največji: $R^2 = 99,84$ %. Z dodatnimi simulacijami Monte Carlo smo pokazali log-normalno porazdelitev vrednosti ocenjenih Weibullovih parametrov v primeru, da veliko serijo teoretičnih, kot tudi eksperimentalnih trdnosti razbijemo na naključne majhne testne gruče.

6 LITERATURA

- [1] W. Weibull, *J. Appl. Mech.* 18 (1951), 293
- [2] B. Bergman, *J. Mater. Sci. Lett.*, 3 (1984), 689
- [3] P. Kittl, G. Diaz, *Res. Mech.* 24 (1988), 99
- [4] N. Orlovskaja, H. Peterlik, M. Marczevski, K. Kromp, *J. Mater. Sci.*, 32 (1997), 1903
- [5] R. Danzer, T. Lube, P. Supancic, *Z. Metall.*, 92 (2001), 773
- [6] L. Song, D. Wu, Y. Li, *J. Mater. Sci. Lett.*, 22 (2003), 1651
- [7] J. A. Griggs, Y. Zhang, *J. Mater. Sci. Lett.*, 22 (2003), 1771
- [8] I. J. Davies, *J. Mater. Sci.*, 39 (2004), 1444
- [9] D. Wu, J. Zhou, Y. Li, *J. Eur. Ceram. Soc.*, 26 (2006), 1099
- [10] J. Pascual, T. Lube, R. Danzer, *J. Eur. Ceram. Soc.*, 28 (2008), 1551
- [11] M. Ambrožič, *Vakuumist*, 28 (2008) 1/2, 25
- [12] M. Ambrožič, L. Gorjan, *J. Mater. Sci.*, 46 (2011), 1862
- [13] L. Gorjan, M. Ambrožič, *J. Eur. Ceram. Soc.*, 32 (2012), 1221
- [14] M. Ambrožič, L. Gorjan, *Materiali in tehnologije*, 46 (2012), 419
- [15] ASTM C 1239 – 95: Standard practice for reporting uniaxial strength data and estimating Weibull distribution parameters for advanced ceramics, American society for testing and materials, Philadelphia, 1995
- [16] ASTM C 1161 – 94: Standard test method for flexural strength of advanced ceramics at ambient temperature, American Society for Testing and Materials, Philadelphia, 1994