

UPOGIBNA TRDNOST KORUNDNE KERAMIKE: PRIMERJAVA RAZLIČNIH TEORETIČNIH PORAZDELITEV NA OSNOVI EKSPERIMENTALNIH PODATKOV

BEND STRENGTH OF ALUMINA CERAMICS: A COMPARISON OF DIFFERENT THEORETICAL DISTRIBUTIONS ON THE BASIS OF EXPERIMENTAL DATA

Milan Ambrožič¹, Lovro Gorjan^{2,3}

¹Fakulteta za naravoslovje in matematiko, Univerza v Mariboru, 2000 Maribor, Slovenija

²Institut "Jožef Stefan", Jamova 39, 1000 Ljubljana, Slovenija

³Hidria AET d. o. o., Poljubinj 89A, 5220 Tolmin, Slovenija
lovro.gorjan@hidria.com

Prejem rokopisa – received: 2012-01-27; sprejem za objavo – accepted for publication: 2012-03-02

Statistično smo ovrednotili 5100 eksperimentalnih vrednosti upogibnih trdnosti testnih vzorcev iz redne proizvodnje korundnih keramičnih izdelkov. Primerjali smo teoretično izračunano Weibullovo porazdelitev z dvema drugima pogosto uporabljenima dvoparametričnima porazdelitvama, normalno in log-normalno, da bi ugotovili, katera se najbolj sklada z meritvami. Za izračun ustreznih prostih parametrov smo uporabili metodo največje verjetnosti (maximum-likelihood method). Potem smo za primerjavo rezultatov uporabili $Q - Q$ -diagrame. Potrdili smo domnevo, da se z eksperimentalnimi vrednostmi trdnosti najbolj ujema Weibullova porazdelitev.

Ključne besede: Weibullova porazdelitev, metoda največje verjetnosti, $Q - Q$ -diagram

We have performed a statistical evaluation of 5100 experimental values of the bend strength of test pieces from a serial production of alumina products. The Weibull distribution was compared with two other commonly used 2-parametric distributions, i.e., normal and log-normal, in order to reveal which of them best matches the experiments. The maximum-likelihood method was used to evaluate the corresponding parameters, and then a $Q-Q$ plot was used for all the statistics. We confirmed that the Weibull distribution describes the experimental strengths most accurately.

Keywords: Weibull distribution, maximum-likelihood method, $Q-Q$ diagram

1 UVOD

Neenakost množice merjenih vrednosti trdnosti keramičnih in drugih krhkih materialov v standardnih mehanskih preskusih je posledica naključne porazdelitve napak v vzorcih, največkrat pa te trdnosti opišemo z Weibullovo statistično porazdelitvijo¹⁻⁴. Zanesljivost teoretičnih napovedi na osnovi Weibullove ali drugih pogosto uporabljenih porazdelitvenih funkcij, ki jih izračunamo za majhno število vzorcev, so veliko raziskovali teoretično in eksperimentalno (največkrat pa kombinirano) za različne pogoje merjenja⁵⁻¹⁹. Znano je na primer, da različni računski postopki sistematično dajejo prevelike ali pa premajhne vrednosti prostih parametrov raznih statističnih porazdelitev, če je število zlomljenih vzorcev relativno majhno, npr. 30 ali še manj^{7,8}. Metoda največje verjetnosti (ML = maximum-likelihood method) se zaradi svoje učinkovitosti pogosto uporablja za izračun parametrov statističnih porazdelitev^{20,21}.

Veliko avtorjev se je že vprašalo o upravičenosti uporabe Weibullove porazdelitve, zato so zanesljivost njenih napovedi primerjali tudi z drugimi porazdelitvami: normalno (Gaussovo), log-normalno itd.^{7,22}. Za majhno število testnih vzorcev namreč ne moremo zanesljivo

izključiti veljavnosti vseh teh porazdelitev, posebno ne Gaussove²². Eden od zanimivih načinov vizualne primerjave eksperimentalnih trdnosti vzorcev s teoretičnimi vrednostmi iz ustrezne porazdelitvene funkcije so $Q - Q$ -diagrami ($Q = \text{quantile}$)^{23,24}. Ujemanje med teorijo in eksperimentom je dobro, če so točke v diagramu zelo blizu premici, ki oklepa z vodoravno osjo kot 45° (simitrala prvega kvadranta).

V članku opisujemo statistično obdelavo 5100 izmerjenih vrednosti upogibne trdnosti vzorcev iz redne proizvodnje korundnih keramičnih izdelkov. Za oceno parametrov treh različnih teoretičnih porazdelitev smo uporabili ML-metodo, potem pa med drugim primerjali ujemanje teoretično izračunanih in eksperimentalnih trdnosti s $Q - Q$ -diagrami.

2 MERITVE TRDNOSTI

Keramične testne vzorce v obliki kvadrov dimenzij 4 mm \times 3 mm \times 45 mm smo izdelali v podjetju Hidria AET, d. o. o., s tehniko nizkotlačnega brizganja v kalupe. V enem letu se nam je nabralo 5100 meritev trdnosti vzorcev iz 425 proizvodnih serij, po 12 zlomljenih vzorcev iz vsake serije. Vzorci so bili iz korundne keramike

Al₂O₃ s 95-odstotno teoretično gostoto, pripravljene s sintranjem tri ure pri temperaturi 1640 °C. Ta material se v glavnem uporablja za električno izolacijo in se zanj ne zahtevajo najvišje trdnosti, tako da ga v podjetju označujemo kot "Al₂O₃ keramiko srednjih trdnosti". Trdnosti smo izračunali z enačbo za 4-točkovni upogibni test²¹:

$$\sigma = \frac{3F(L_2 - L_1)}{2ah^2} \quad (1)$$

kjer je σ upogibna trdnost vzorca, F zlomna sila, $L_2 = 40$ mm in $L_1 = 20$ mm sta zunanji in notranji razmik podpor, $a = 4$ mm je širina vzorca, $h = 3$ mm pa njegova debelina.

3 STATISTIČNI MODEL IN GRAFIČNA PONAZORITEV

Naša naključna (statistična) spremenljivka je upogibna trdnost σ . V računih uporabljamo obe porazdelitveni funkciji: verjetnostno gostoto $p(\sigma)$ in kumulativno verjetnostno funkcijo $P(\sigma) = \int_0^{\sigma} p(x)dx$. Primerjali bomo ujemanje med eksperimentalnimi podatki in tremi napovedanimi 2-parametričnimi porazdelitvami: Weibullovo, normalno (Gaussovo) in log-normalno.

3.1 Postopek za ocenitev stopnje ujemanja teorije in eksperimenta

Podroben postopek za oceno dveh prostih parametrov in vizualne ponazoritve ujemanja dane teoretične porazdelitvene funkcije z eksperimentalnimi podatki sestoji iz naslednjih korakov:

a) Za vsako od treh porazdelitev posebej dobimo najprimernejši vrednosti prostih parametrov z metodo največje verjetnosti (ML). $N (= 5100)$ izmerjenih trdnosti, σ_i , $i = 1$ do N , vstavimo v verjetnostno gostoto $p(a, b; \sigma)$, kjer sta a in b ustrezna parametra, npr., $a \equiv m$ in $b \equiv \sigma_{0W}$ za Weibullovo porazdelitev (gl. spodaj). Z metodo ML poiščemo največjo mogočo vrednost naslednje funkcije glede na vse mogoče vrednosti a in b :

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

V ustreznih (dveh) enačbah sta odvoda funkcije Y po parametrih a in b enaka nič.

b) Eksperimentalne vrednosti trdnosti σ_i uredimo po naraščajočih vrednostih, kjer gre indeks i od 1 do $N = 5100$. Vsaki številki i (in s tem ustrezni vrednosti trdnosti) priredimo verjetnost P_i za zlom, pri tem pa si pomagamo z enim od pogosto uporabljenih ocen iz literature:²²

$$P_i = \frac{i-0.5}{N} \quad (3)$$

Vrednost P_i ustreza kumulativni verjetnostni funkciji $P(\sigma)$ za izbrano teoretično porazdelitev. Namesto z oceno (3) smo poskusili s še drugimi ocenami za P_i iz literature in ugotovili, da ta izbira nič ne vpliva na končne rezultate, vsaj za tolikšno število merjenih vzorcev.

c) Za vsako vrednost P_i , dobljeno iz enačbe (3), smo z obratom teoretične funkcije $P(a, b; \sigma)$ z že prej izračunanima parametroma a in b (gl. točko a) izračunali ustrezno teoretično pričakovano trdnost $\sigma_{i,th}$.

č) Uporabili smo poenostavljeno različico grafične ponazoritve $Q - Q$ za primerjavo teoretičnih trdnosti $\sigma_{i,th}$ z eksperimentalnimi σ_i . Pare vrednosti ($\sigma_{i,th}$, σ_i) v diagramu smo prikazali tako, da teoretična komponenta ustreza vodoravni osi, eksperimentalna pa navpični. Če se torej teoretična statistična napoved odlično ujema z eksperimentom, ležijo točke v diagramu vse blizu premice z naklonom 45° proti osemu.

d) Kvantitativno lahko opredelimo ujemanje teoretičnih napovedi z eksperimentalnimi podatki s faktorjem R^2 :

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

kjer je $\langle \sigma_i \rangle$ izračunana povprečna vrednost eksperimentalnih trdnosti. Vrednost R^2 blizu 1 pomeni dobro ujemanje.

3.2 Primerjane teoretične porazdelitve

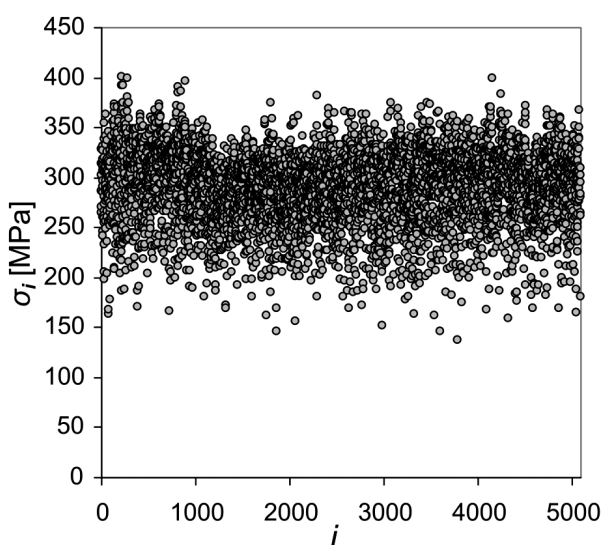
Drugi parameter bomo zaradi analogije pri vseh treh porazdelitvah označili s podobnim simbolom: σ_{0W} , σ_{0N} in σ_{0LN} . To je umeritveni parameter, ki ima enoto trdnosti. Prvi parameter pa ima pri treh porazdelitvah povsem drugačen pomen. Podali bomo le porazdelitveno funkcijo p za vse tri porazdelitve. Porazdelitvene funkcije za Weibullovo, normalno in log-normalno porazdelitev označimo po vrsti s p_W , p_N in p_{LN} :

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

$$p_N(\sigma) = \frac{1}{\delta\sqrt{2\pi}} \left(\frac{\sigma}{\sigma_{0W}}\right)^{m-1} \cdot \exp\left(-\frac{1}{2}\left(\frac{\sigma - \sigma_{0N}}{\delta}\right)^2\right) \quad (5b)$$

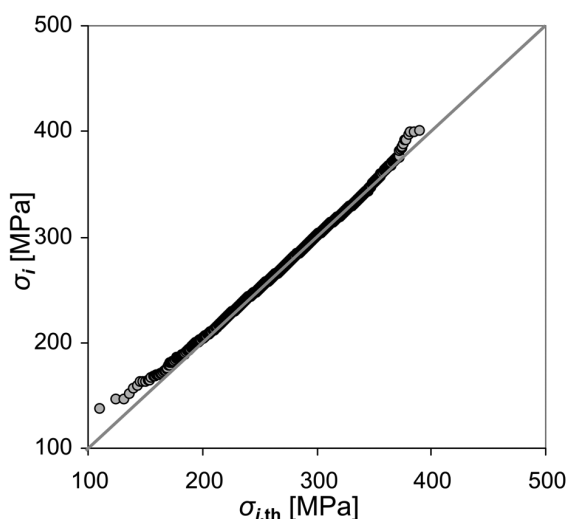
$$p_{LN}(\sigma) = \frac{1}{\sigma} \frac{1}{w\sqrt{2\pi}} \cdot \exp\left(-\left(\frac{\ln \sigma - \ln \sigma_{0N}}{w}\right)^2\right) \quad (5c)$$

Pri Weibullovi porazdelitvi imenujemo brezdimenzijski parameter m Weibullov modul, σ_{0W} pa umeritveni parameter. Pri normalni porazdelitvi imata parametra enostaven pomen: σ_{0N} je povprečna trdnost, δ pa njena standardna deviacija. Pri log-normalni porazdelitvi so normalno porazdeljeni logaritmi trdnosti.



Slika 1: 5100 vrednosti upogibne trdnosti; številke na vodoravni osi ustrezajo časovnemu vrstnemu redu meritev

Figure 1: 5100 bending-strength values; the numbers on the horizontal axis correspond to the time sequence of the measurements



Slika 2: Q – Q-diagram za Weibullovo porazdelitev

Figure 2: Q – Q-diagram for the Weibull distribution

Tabela 1: ML-parametri in R² faktor za tri porazdelitve

Table 1: ML-parameters and the R² factor for the three distributions

| Porazdelitev | 1. parameter | 2. parameter | R ² |
|--------------|------------------------------|-------------------------------------|----------------|
| Weibullova | $m = 9,048$ | $\sigma_{0W} = 305,54 \text{ MPa}$ | 0,9984 |
| Normalna | $\delta = 37,49 \text{ MPa}$ | $\sigma_{0N} = 289,56 \text{ MPa}$ | 0,9855 |
| Log-normalna | $w = 0,1372$ | $\sigma_{0LN} = 286,86 \text{ MPa}$ | 0,9468 |

Tabela 2: Eksperimentalni in teoretični statistični parametri porazdelitev

Table 2: Experimental and theoretical statistical parameters of the distributions

| | $\langle \sigma \rangle$ | | $\delta \sigma$ | | $\delta_3 \sigma$ | |
|--------------|--------------------------|-----------|-----------------|---------|-------------------|---------|
| Eksperiment | 289,56 | | 37,49 | | -29,58 | |
| Weibullova | *289,41 | ** 289,41 | *38,26 | **38,26 | *-32,15 | *-32,12 |
| Normalna | *289,56 | ** 289,56 | *37,49 | **37,48 | *0 | *1,19 |
| Log-normalna | *289,57 | ** 289,56 | *39,92 | **39,91 | *29,80 | *29,75 |

4 REZULTATI IN DISKUSIJA

Vseh 5100 eksperimentalnih trdnosti prikazuje **slika 1**, kjer je vsaka vrednost zapisana v kronološkem zaporedju (glede na čas meritve), njihova aritmetična povprečna vrednost pa je $\langle \sigma \rangle = 289,557 \text{ MPa}$. V **tabeli 1** so podani z ML-metodo ocenjeni parametri treh porazdelitev, skupaj z R² faktorjem, ki je največji pri Weibullovi porazdelitvi. **Slika 2** prikazuje ustrezni Q – Q-diagram za to porazdelitev, druga dva pa sta temu kvalitativno podobna, le ujemanje točk s premico z nagibom 45° je nekoliko slabše.

Nazadnje smo naredili še primerjavo treh teoretičnih porazdelitev glede ujemanja teoretične pričakovane trdnosti $\langle \sigma \rangle$, njene standardne deviacije $\delta \sigma$ in "kubične deviacije" $\delta_3 \sigma$ z ustreznimi eksperimentalnimi vrednostmi. Kubično deviacijo smo definirali takole:

$$\delta_3 \sigma = \sqrt[3]{\langle (\sigma - \langle \sigma \rangle)^3 \rangle}$$

kjer trikotni oklepaji označujejo statistično povprečje. Rezultati so prikazani v **tabeli 2**. V prvi vrstici v vsakem od treh parov so eksperimentalne vrednosti teh parametrov, v drugi pa teoretične, in sicer v levem stolpcu (oznaka *) izračunane direktno iz prostih parametrov vsake porazdelitve, v desnem stolpcu (oznaka **) pa so izračunani s statističnim povprečjem "simuliranih teoretičnih" trdnosti $\sigma_{i,th}$. Zaradi velikega števila podatkov lahko pričakujemo, da se bodo vrednosti, označene z **, zelo dobro ujemale s tistimi, označenimi z *, in to **tabela 2** tudi potrjuje. Medtem ko se pričakovana vrednost trdnosti in njena standardna deviacija pri vseh treh porazdelitvah dokaj dobro ujemata z ustreznimi eksperimentalnimi parametri, pa daje vsaj približno pravilen rezultat za kubično deviacijo samo Weibullova porazdelitev.

5 SKLEP

Primerjava treh teoretičnih porazdelitev s 5100 eksperimentalnimi trdnostmi keramike Al₂O₃ je pokazala, da je najustreznejši statistični opis z Weibullovo 2-para-

metrično porazdelitveno funkcijo, kar med drugim potrjuje najvišji faktor R^2 : 99,84 %, razlike v vizualni primerjavi statistik s $Q - Q$ -diagrami pa so manj očitne. Omenimo lahko še, da daje ML-metoda za normalno porazdelitev natančne eksperimentalne vrednosti prvih dveh statističnih parametrov v **tabeli 2** (pričakovana vrednost trdnosti in standardna deviacija); v tem je torej normalna porazdelitev nekaj boljša od Weibullove, vendar pa daje popolnoma napačen rezultat za kubično deviacijo. Več podrobnosti lahko bralec najde drugje²⁵.

Zahvala

To raziskavo sta podprla Ministrstvo za šolstvo in šport ter Evropski socialni sklad. Zahvaljujemo se podjetju Hidria AET za eksperimentalne podatke.

6 LITERATURA

- ¹ W. Weibull, A statistical distribution function of wide applicability, *J. Appl. Mech.*, 18 (1951), 293–297
- ² R. V. Curtis, A. S. Juszczyk, Analysis of strength data using two- and three-parameter Weibull models, *J. Mater. Sci.*, 33 (1998), 1151–1157
- ³ H. Peterlik, N. Orlovskaja, W. Steinkellner, K. Kromp, Prediction of strength of recrystallized siliconcarbide from pore size measurement – Part I – The bimodality of the distribution, *J. Mater. Sci.*, 35 (2000), 699–707
- ⁴ Q. S. Li, J. Q. Fang, D. K. Liu, J. Tang, Failure probability prediction of concrete components, *Cem. Concr. Res.*, 33 (2003), 1631–1636
- ⁵ D. Wu, J. Zhou, Y. Li, Methods for estimating Weibull parameters for brittle materials, *J. Mater. Sci.*, 41 (2006), 5630–5638
- ⁶ D. Wu, J. Zhou, Y. Li, Unbiased estimation of Weibull parameters with the linear regression method, *J. Eur. Ceram. Soc.*, 26 (2006), 1099–1105
- ⁷ R. Danzer, T. Lube, P. Supancic, Monte Carlo simulations of strength distributions of brittle materials – Type of distribution, specimen and sample size, *Z. Metallkunde*, 92 (2001), 773–783
- ⁸ B. Bergman, On the estimation of the Weibull modulus, *J. Mater. Sci. Lett.*, 3 (1984), 689–692
- ⁹ A. Khalili, K. Kromp, Statistical properties of Weibull estimators, *J. Mater. Sci.*, 26 (1991), 6741–6752
- ¹⁰ J. Gong, A new probability index for estimation Weibull modulus for ceramics with the least-square method, *J. Mater. Sci. Lett.*, 19 (2000), 827–829
- ¹¹ E. Barbero, J. Fernandez-Saez, C. Navarro, Statistical distribution of the estimator of Weibull modulus, *J. Mater. Sci. Lett.*, 20 (2001), 847–849
- ¹² I. J. Davies, Empirical correction factor for the best estimate of Weibull modulus obtained using linear least squares analysis, *J. Mater. Sci. Lett.*, 20 (2001), 997–999
- ¹³ D. F. Wu, Y. D. Li, J. P. Zhang, L. Chang, D. H. Wu, Z. P. Fang, Y. H. Shi, Effects of the number of testing specimens and the estimation methods on the Weibull parameters of solid catalysts, *Chem. Eng. Sci.*, 56 (2001), 7035–7044
- ¹⁴ L. Song, D. Wu, Y. Li, Optimal probability estimators for determining Weibull parameters, *J. Mater. Sci. Lett.*, 22 (2003), 1651–1653
- ¹⁵ J. A. Griggs, Y. Zhang, Determining the confidence intervals of Weibull parameters estimated using a more precise probability estimators, *J. Mater. Sci. Lett.*, 22 (2003), 1771–1773
- ¹⁶ I. J. Davies, Best estimate of Weibull modulus obtained using linear least squares analysis: An improved empirical correction factor, *J. Mater. Sci.*, 39 (2004), 1441–1444
- ¹⁷ T. Tanaka, H. Nakayama, A. Sakaida, T. Imamichi, Evaluation of Weibull parameters for static strengths of ceramics by Monte Carlo simulation, *Mater. Sci. Res. International*, 1 (1995), 51–8
- ¹⁸ B. Faucher, W. R. Tyson, On the determination of Weibull parameters, *J. Mater. Sci. Lett.*, 7 (1988), 1199–1203
- ¹⁹ R. Langlois, Estimation of Weibull parameters, *J. Mater. Sci. Lett.*, 10 (1991), 1049–1051
- ²⁰ M. Cacciari, G. Mazzanti, G. C. Montanari, Comparison of maximum likelihood unbiasing methods for the estimation of the Weibull parameters, *IEEE Trans. On El. Ins.*, 3 (1996), 18–27
- ²¹ 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
- ²² C. Lu, R. Danzer, F. D. Fischer, Fracture statistics of brittle materials: Weibull or normal distribution, *Phys. Rev. E*, 65 (2002), 067102
- ²³ J. D. Gibbons, S. Chakraborti, *Nonparametric statistical inference*, CRC Press 2003
- ²⁴ R. Gnanadesikan, M. B. Wilk, Probability plotting methods for the analysis of data, *Biometrika*, 55 (1968), 1–17
- ²⁵ L. Gorjan, M. Ambrožič, Bend strength of alumina ceramics: A comparison of Weibull statistics with other statistics based on very large experimental data set, *J. Eur. Ceram. Soc.*, 32 (2012) 6, 1221–1227