www.ptcer.pl/mccm

MATERIAŁY CERAMICZNE /CERAMIC MATERIALS/, 65, 4, (2013), 451-455

Określenie wpływu przygotowania próbki na wynik badania wytrzymałości na podstawie wartości modułu Weibulla

Anna Gerle*, Bronisław Psiuk

Instytut Ceramiki i Materiałów Budowlanych. Oddział Materiałów Ogniotrwałych w Gliwicach, Laboratorium Badań Materiałów Ogniotrwałych, ul. Toszecka 99, 44-100 Gliwice
*e-mail: a.gerle@icimb.pl

Streszczenie

W pracy sprawdzono istotność wymagań normy PN-EN 993-5: 2001 względem badanych próbek materiałów formowanych w szczególności w odniesieniu do gładkości powierzchni i doboru narzędzi do ich obróbki. Do badań wykorzystano próbki prostek szamotowych w gatunku BS w kształcie walców nieoszlifowanych i szlifowanych oraz kostek wycinanych tarczą segmentową lub gładką. Określono wpływ przygotowania próbek do badania wytrzymałości na ściskanie na parametry rozkładu Weibulla. Najwyższy moduł Weibulla otrzymano w przypadku próbek w kształcie kostek wycinanych tarczą gładką. Potwierdzono konieczność przestrzegania wymagań normy PN-EN 993-5: 2001 dotyczących przygotowania próbek do badań.
Słowa kluczowe: statystyka Weibulla, moduł Weibulla, próbka do badań, szamot, przygotowanie próbek

DETERMINATION OF THE INFLUENCE OF TEST SAMPLE PREPARATION ON THE MEASURED STRENGTH ON THE BASIS OF WEIBULL MODULUS

The significance of requirements of the PN-EN 993-5: 2001 standard to be satisfied by test samples of formed refractory materials has been checked specially with respect to surface quality and selection of cutting tools. A schamotte straight connection pipe of the BS grade was used to prepare cylindrical in shape, both polished and non-polished samples, and cubes cut out with segment or smooth disks. The influence of the sample preparation route for compressive strength tests on the parameters of Weibull distribution was determined. The largest values of Weibull modulus were measured in the case of the cubes cut of with the smooth disk. The necessity of following the requirements of the PN-EN 993-5: 2001 standard according to the test sample preparation has been confirmed.
Keywords: Weibull statistics, Weibull modulus,Test sample, Schamotte refractories, Sample preparation

1. Wstęp

Celem pracy było matematyczne sprawdzenie istotności wymagań normy PN-EN 993-5: 2001 względem badanych próbek materiałów formowanych w szczególności w odniesieniu do gładkości powierzchni tych próbek oraz doboru narzędzi do ich obróbki.

Oznaczanie wytrzymałości na ściskanie zwartych formowanych wyrobów ogniotrwałych wykonuje się zgodnie z normą PN-EN 993-5: 2001 „Materiały ogniotrwałe – Metody badań zwartych formowanych wyrobów ogniotrwałych. Część 5: Oznaczanie wytrzymałości na ściskanie w temperaturze otoczenia". Próbki do badania zgodne z normą to walce lub kostki o ściśle określonych wymiarach. Norma określa wymagania takie jak równoległość powierzchni ściskanych oraz prostopadłość boków próbki. Podaje też, w jaki sposób należy sprawdzać zgodność próbek z wymaganiami. Nakazuje odrzucać próbki z widocznymi pęknięciami lub wadami. Zgodnie z wymaganiami normy, obydwie powierzchnie walca powinny być gładkie i równoległe, a jeżeli jest to konieczne należy je doszlifować. Norma wskazuje, w jaki sposób przygotowywać próbki do badań, w tym narzuca wiercenie albo cięcie próbek tarczą gładką, a nie segmentową.

Do realizacji przedstawionego celu pracy zastosowano tzw. statystykę Weibulla, która prawdopodobnie nie była dotychczas stosowana do badań materiałów ogniotrwałych.

Wiadomo od dawna, że rozrzut wyników w badaniach wytrzymałości materiałów nie podlega rozkładowi normalnemu Gausa, ale dobrze opisuje go rozkład Weibulla [1-2], według którego dystrybuanta prawdopodobieństwa rozkładu wytrzymałości przedstawia się wzorem:

$$P = 1 - \exp\left[-\left(\frac{\sigma - \sigma_u}{\sigma_0}\right)^m\right], \text{ dla } \sigma \geq \sigma_u \qquad (1)$$

W powyższym wzorze P jest prawdopodobieństwem zniszczenia próbki przy naprężeniu σ; σ_u to naprężenie progowe, przy naprężeniu mniejszym od progowego prawdopodobieństwo zniszczenia próbki jest równe zero; σ_0 jest naprężeniem charakterystycznym; natomiast m nazwane zostało modułem Weibulla i jest parametrem kształtu rozkładu prawdopodobieństwa [3-4]. Obecnie w badaniach ma-

teriałowych bardzo chętnie wykorzystywany jest tak zwany dwuparametrowy rozkład Weibulla, w którym przyjmuje się, że $\sigma_u = 0$. Oznacza to, że nawet dla bardzo małych naprężeń prawdopodobieństwo zniszczenia próbki jest różne od zera. Doświadczenie podpowiada nam jednak, że takie założenie jest nieprawdziwe dla materiałów ceramicznych, które ulegają zniszczeniu dopiero przy stosunkowo wysokich wartościach naprężeń. Obliczenie parametrów trójparametrowego rozkładu Weibulla daje ponadto znacznie większe możliwości interpretacyjne. Prace W. M. Rećki [4-9, 11] wskazują, że to nie parametr *m*, jak sądził Weibull, ale naprężenie progowe σ_u może okazać się stałą materiałową.

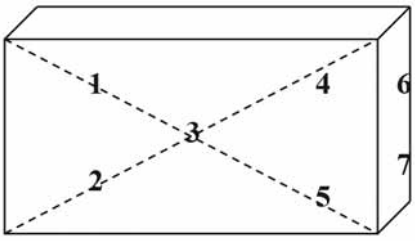
Z punktu widzenia niniejszego artykułu istotny jest fakt, że wartość modułu Weibulla jest większa, gdy mniejszy jest rozrzut wartości wytrzymałości materiału [10]. Wyższy moduł Weibulla wskazuje na lepszy sposób preparatyki (np. próbki szlifowane czy nieoszlifowane, walce czy kostki) lub lepsze narzędzie do obróbki (np. tarcza gładka czy segmentowa) próbek z tego samego materiału obrabianych różnymi narzędziami. Dodać można, że w przypadku próbek z różnych materiałów przygotowywanych w jednakowy sposób wyższy moduł Weibulla wskazuje na materiał lepiej obrabialny [7].

2. Część eksperymentalna

2.1. Materiał do badań

Do badań użyto prostki szamotowe w gatunku BS. W celu zapewnienia jednorodności materiału wstępnej selekcji prostek dokonał producent i dostarczył prostki zaformowane na tym samym automacie i z tego samego miejsca w piecu

W Laboratorium w celu dokonania oceny jednorodności oraz odrzucenia prostek z ewentualnymi wadami wewnętrznymi wszystkie prostki przebadano z wykorzystaniem testera betonu CT1 produkcji UNIPAN-ULTRASONIC. Oceny jednorodności dokonano na podstawie wartości szybkości przejścia ultradźwięków przez kształtki. Parametr ten wyznaczano dla każdej kształtki w dwóch kierunkach. W jednym kierunku sprawdzano szybkość przejścia fali dźwiękowej w pięciu obszarach, a w drugim kierunku w dwóch obszarach, tak jak zaznaczono na Rys. 1.



Rys. 1 Punkty, w których mierzono czas przejścia ultradźwięku przez kształtkę.
Fig. 1. A way of measurement of time for ultrasonic wave transition through a sample.

Odrzucono wszystkie prostki, w których wartości szybkości przejścia ultradźwięków w różnych obszarach dla danego kierunku nie mieściły się w przedziale wyznaczonym przez dolną i górną granicę przedziału ufności, będącego miarą niepewności wyznaczania szybkości przejścia ultradźwięków przez prostki. W zależności od kierunku przejścia ultradźwięków przez kształtkę przedział ufności przybierał następujące wartości: 2,8 mm/μs ± 0,4 mm/μs oraz 1,3 mm/μs ± 0,1 mm/μs.

2.2. Przygotowanie próbek

Z wybranych prostek przygotowano do badania wytrzymałości na ściskanie walce o średnicy i wysokości równej 50 mm oraz kostki o boku równym 50 mm. Przygotowano serię walców, które następnie szlifowano oraz serię walców nieszlifowanych. Również kostki przygotowano w dwóch seriach jedna seria wycięta została tarczą gładką, druga tarczą segmentową.

Walce wiercono wiertarką słupową za pomocą wiertła diamentowego segmentowego o średnicy wewnętrznej 50 mm firmy Astar. Po wywierceniu powierzchnie ściskane jednej serii walców polerowano na polerce firmy Tonindustrie Kugdel-Müler. Natomiast powierzchne ściskane drugiej serii walców pozostawiono bez obróbki.

Kostki wycinano tarczą diamentową, gładką o grubości 2,5 mm firmy Astar przy użyciu przecinarki firmy Leco oraz tarczą diamentową, segmentową o grubości 3,0 mm firmy Astar przy użyciu przecinarki firmy Wassmer. W trakcie wiercenia i wycinania próbki chłodzone były wodą.

2.3. Oznaczanie wytrzymałości na ściskanie w temperaturze otoczenia oraz obliczenie parametrów rozkładu Weibulla

Badanie wytrzymałości na ściskanie wykonano zgodnie z normą PN-EN 993-5:2001 na maszynie wytrzymałościowej firmy Amsler w zakresie siły do 120 kN.

Z uzyskanych wyników wytrzymałości na ściskanie obliczono metodą największej wiarygodności parametry dwu (DPRW) i trójparametrowego (TPRW) rozkładu Weibulla. Parametry DPRW obliczono zgodnie z [12]. Wartości parametrów TPRW obliczono zgodnie z [3]. Wykonanie tych obliczeń sprowadzało się do rozwiązania układu równań (2) i (3):

$$\frac{\partial \ln L}{\partial \sigma_0} \equiv n\,\sigma_0^m - \sum_{i=1}^{n} \sigma_i^m = 0 \tag{2}$$

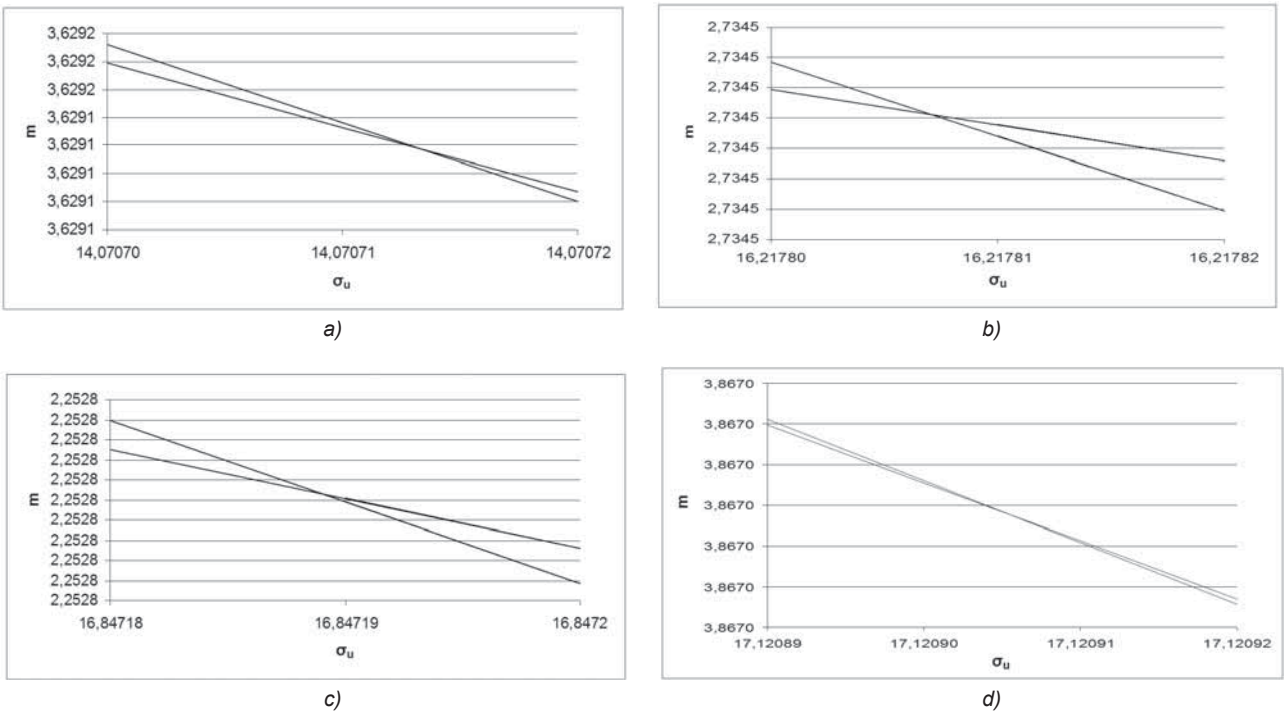
$$\frac{\partial \ln L}{\partial m} \equiv \frac{n}{m} - \sum_{i=1}^{n}\left[\left(\frac{\sigma_i}{\sigma_0}\right)^m \ln\left(\frac{\sigma_i}{\sigma_0}\right)\right] - \sum_{i=1}^{n} \ln\left(\frac{\sigma_i}{\sigma_0}\right) = 0 \tag{3}$$

dla rozkładu dwuparametrowego oraz rozwiązania układu równań (4), (5) i (6):

$$\frac{\partial \ln L}{\partial \sigma_0} \equiv n\,\sigma_0^m - \sum_{i=1}^{n} (\sigma_i - \sigma_u)^m = 0 \tag{4}$$

$$\frac{\partial \ln L}{\partial m} \equiv \frac{n}{m} - \sum_{i=1}^{n}\left[\left(\frac{\sigma_i - \sigma_u}{\sigma_0}\right)^m \ln\left(\frac{\sigma_i - \sigma_u}{\sigma_0}\right)\right] - \sum_{i=1}^{n} \ln\left(\frac{\sigma_i - \sigma_u}{\sigma_0}\right) = 0 \tag{5}$$

$$\frac{\partial \ln L}{\partial \sigma_u} \equiv \left(1 - \frac{1}{m}\right)\sigma_0^m \sum_{i=1}^{n} \frac{1}{\sigma_i - \sigma_u} - \sum_{i=1}^{n} (\sigma_i - \sigma_u)^{m-1} = 0 \tag{6}$$



Rys. 2. Graficzne rozwiązanie układu równań (5) i (6) w celu wyznaczenia wartości m i σ_u trójparametrowego rozkładu Weibulla dla próbek: a) w kształcie walca nieoszlifowanych, b) w kształcie walca szlifowanych, c) w kształcie kostek wycinanych tarczą segmentową, d) w kształcie kostek wycinanych tarczą gładką.

Fig. 2. Graphical solution of equations (5) and (6) for determination of m i σ_u values of three parametric Weibull distributions: a) cylindrical, non-polished samples, b) cylindrical, polished samples, c) cube-like samples cut with a segment disk, d) cube-like samples cut with a smooth disk.

dla rozkładu trójparametrowego.

Rozwiązanie układu tych trzech równań polega na wyznaczeniu parametru σ_0 z równania (4), a następnie, po jego podstawieniu do równań (5) i (6), znalezieniu ich rozwiązania metodą graficzną.

Na Rys. 2 przedstawiono sposób wyznaczania, metodą graficzną, parametrów m i σ_u trójparametrowego rozkładu Weibulla z dokładnością do czterech cyfr znaczących.

Otrzymane parametry, zarówno DPRW jak i TPRW, zestawiono w Tabeli 1.

3. Dyskusja otrzymanych wyników

Na Rys. 3 przedstawiono diagramy Weibulla dla dwu i trójparametrowego rozkładu Weibulla wszystkich badanych próbek. Diagram Weibulla wykreśla się, aby sprawdzić, czy rozkład Weibulla opisuje badane zjawisko. Warunkiem koniecznym jest, aby punkty doświadczalne leżały blisko prostej wyznaczonej przez obliczone równanie rozkładu [11].

Na Rys. 3 linia ciągła przedstawia prostą opisywaną równaniem rozkładu Weibulla, przekształconym do postaci:

$$\ln\left(\ln\left(\frac{1}{1-P}\right)\right) = m\ln(\sigma-\sigma_u) - m\ln(\sigma_0) \qquad (7)$$

Natomiast punkty są punktami doświadczalnymi, dla których prawdopodobieństwo zniszczenia próbki P_i dla każdego pomiaru naprężenia σ_i wyliczono z wzoru (8) [6]:

$$P = \frac{i-0{,}5}{n} \qquad (8)$$

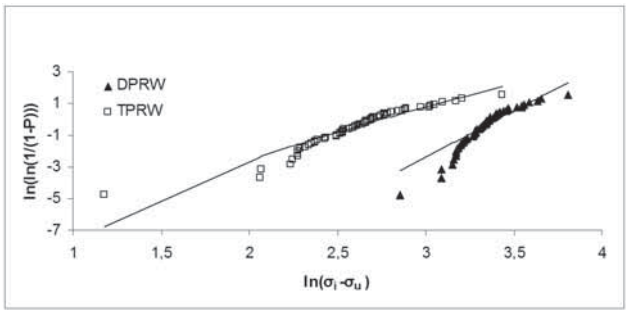
Dodać należy, że obliczenie prawdopodobieństwa zniszczenia próbki tylko na podstawie liczności próby jest pewnym uproszczeniem.

Jak widać na Rys. 3, punkty doświadczalne leżą blisko prostej wyznaczonej przez obliczone równanie rozkładu Weibulla, czyli dane podlegają rozkładowi Weibulla.

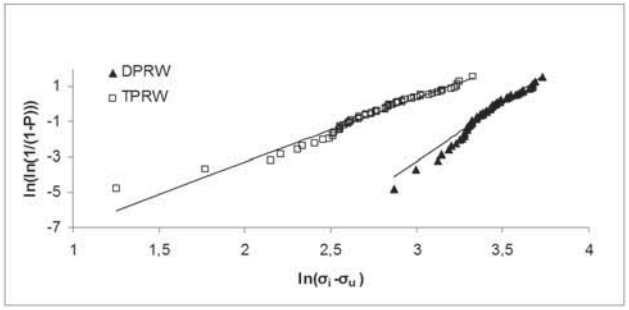
Powyższe wnioski potwierdza również, przedstawiona na Rys. 4, statystyka pozycyjna wyników oznaczania wy-

Tabela 1. Wartości parametrów rozkładu Weibulla.
Table 1. Parameters of Weibull distribution.

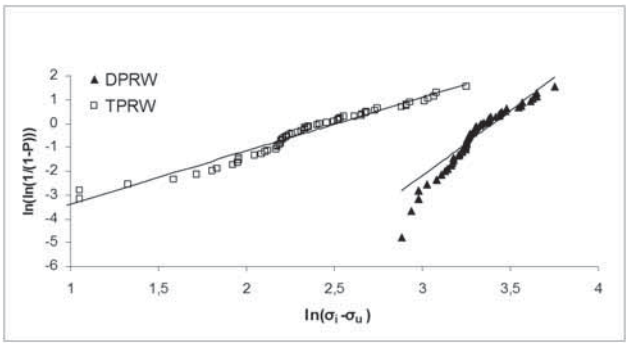
Badanie	Rodzaj próbki	Liczba próbek do badań	Rozkład dwuparametrowy		Rozkład trójparametrowy		
			m	σ_0	m	σ_0	σ_u
			-	[MPa]	-	[MPa]	[MPa]
Wytrzymałość na ściskanie wg PN-EN 993-5	Walce szlifowane	62	6,63	32,6	3,63	18,2	14,1
	Walce nieszlifowane	60	5,81	30,3	2,73	13,5	16,2
	Kostki tarcza segmentowa	60	5,48	30,0	2,25	12,4	16,8
	Kostki tarcza gładka	60	8,51	33,3	3,87	15,9	17,1



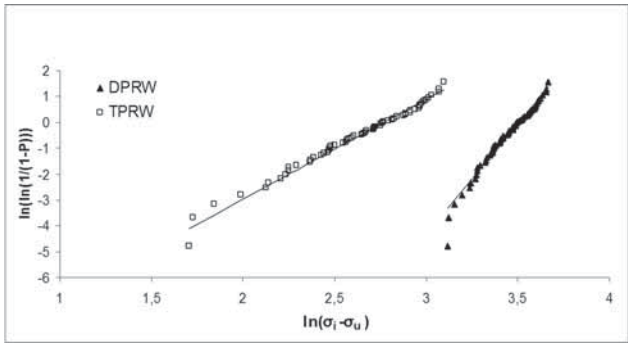
a)



b)



c)

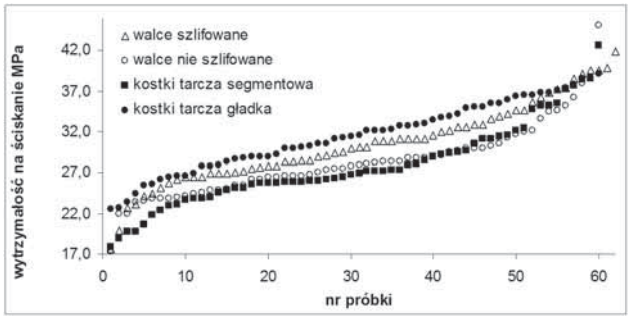


d)

Rys. 3. Diagramy Weibulla dla próbek: a) w kształcie walca nieoszlifowanych, b) w kształcie walca szlifowanych, c) w kształcie kostek wycinanych tarczą segmentową, d) w kształcie kostek wycinanych tarczą gładką
Fig. 3. Weibull diagrams: a) cylindrical, non-polished samples, b) cylindrical, polished samples, c) cube-like samples cut with a segment disk, d) cube-like samples cut with a smooth disk.

trzymałości na ściskanie próbek o różnym kształcie i przygotowanych różnymi narzędziami.

Wyraźnie widzimy, że największą wytrzymałość miały próbki w kształcie kostek, wycinane tarczą gładką. Natomiast najmniejszą wytrzymałość próbki w kształcie kostek wycięte tarczą segmentową. Wytrzymałość próbek w kształcie walca ulokowała się dokładnie pomiędzy wytrzymałością kostek



Rys. 4. Statystyka pozycyjna wyników wytrzymałości na ściskanie.
Fig. 4. Positional statistics of compressive strength values.

wycinanych tarczą segmentową, a tych wycinanych tarczą gładką.

Można zatem zauważyć, że wymóg normy o szlifowaniu powierzchni ściskanych walca ma znaczenie dla uzyskiwanego wyniku. Walce, których powierzchnie szlifowano przed wykonaniem badania miały większe wytrzymałości od tych nieszlifowanych. Szczególnie istotne jest jednak używanie tarczy gładkiej, a nie segmentowej do cięcia próbek. Różnica w otrzymanych wynikach dla kostek wycinanych tarczą segmentową i gładką jest zauważalnie większa niż różnica w wynikach uzyskanych dla walców szlifowanych i nieszlifowanych.

Dodatkowo sprawdzono, czy uzyskane wyniki wytrzymałości mogą być opisywane za pomocą parametrów rozkładu normalnego. Aby sprawdzić czy charakterystyki rozkładu normalnego będą dobrze opisywać uzyskane dane doświadczalne obliczono średnią arytmetyczną i odchylenie standardowe. Średnia arytmetyczna jest oszacowane wartości oczekiwanej *E*, a odchylenie standardowe pierwiastka z wariancji *W*.

Wartości oczekiwane *E* oraz pierwiastek z wariancji *W* dla dwu i trójparametrowego rozkładu Weibulla obliczono na podstawie wzorów (9) i (10) [4]:

$$E = \sigma_u + \sigma_0 \Gamma\left(1 + \frac{1}{m}\right) \tag{9}$$

$$W = \sigma_0 \sqrt{\Gamma\left(1 + \frac{2}{m}\right) - \Gamma^2\left(1 + \frac{1}{m}\right)} \tag{10}$$

Otrzymane wartości zestawiono w Tabeli 2 wraz z obliczonymi wartościami średnimi i odchyleniem standardowym.

Z danych zawartych w Tabeli 2 wynika, że średnia arytmetyczna i odchylenie standardowe są dobrym oszacowaniem wartości oczekiwanej i pierwiastka z wariancji. Można dodać, że przyjmuje się, że jeżeli moduł Weibulla $m > 3{,}6$ to rozkład jest bliski rozkładowi normalnemu [6]. W prezentowanym przypadku wszystkie wartości modułu Weibulla spełniają ten warunek lub są bliskie wskazanej wartości. Stąd poprawność wyników uzyskanych przy założeniu rozkładu normalnego nie jest zaskakująca.

4. Podsumowanie

Wstępna selekcja prostek przez producenta, a następnie badania jednorodności wykonane przy użyciu ultradźwięków pozwoliły na wyselekcjonowanie jednorodnego materiału do badań.

Tabela 2. Porównanie średniej arytmetycznej i odchylenia standardowego obliczonego z danych doświadczalnych z wartością oczekiwaną *E* i pierwiastkiem z wariancji *W* obliczonymi z parametrów rozkładu.
Table 2. Comparison of mean arithmetic and standard deviation values calculated on the basis of experimental data with expected values E and square roots of W calculated from the distribution parameters.

Rodzaj próbki	min [MPa]	max [MPa]	Średnia arytmetyczna [MPa]	Odchylenie standardowe [MPa]	Rozkład dwuparametrowy		Rozkład trójparametrowy	
					E [MPa]	*W* [MPa]	*E* [MPa]	*W* [MPa]
Walce szlifowane	17,6	41,9	30,5	5,0	30,4	5,3	31,1	3,0
Walce nieszlifowane	17,3	45,1	28,3	4,6	28,1	5,5	28,7	2,5
Kostki tarcza segmentowa	17,9	42,7	27,9	5,2	27,7	5,8	28,3	2,4
Kostki tarcza gładka	22,6	39,2	31,5	4,3	31,4	11,0	32,1	5,6

Do określenia wpływu przygotowania próbek do badania wytrzymałości na ściskanie wykorzystano fakt, że wyższy moduł Weibulla wskazuje na lepszy sposób przygotowania badanej próbki. Najwyższy moduł Weibulla otrzymano w przypadku próbek w kształcie kostek wycinanych tarczą gładką, czyli tarcza o gładkiej powierzchni tnącej stanowi najlepsze narzędzie do przygotowania próbek do oznaczania wytrzymałości na ściskanie. Dobre wyniki otrzymuje się również na próbkach w kształcie walca o gładkich, szlifowanych powierzchniach ściskanych.

Z otrzymanych wyników wyraźnie widać, że przestrzeganie wymagań normy PN-EN 993-5: 2001 dotyczących przygotowania próbki jest bezwzględnie konieczne.

Literatura

[1] Weibull, W.: A statisitcal theory of the strength of materials, *Ingvetenskaps Handl*, 151, (1939).
[2] Weibull, W.: A statistical distribution function of wide applicability, *J. Appl. Mechanics*, 18 (1951), 293–297.
[3] Rećko, W. M.: O module Weibulla - historia i przyszłość, *Ceramika/Ceramics*, 80 (2003), 253–258.
[4] Rećko, W. M: Rozkład Weibulla dla wytrzymałości betonu, *Szkło i Ceramika*, 59, (2008), 28–31.
[5] Rećko, W. M, Regad, U.: Analiza statystyczna wytrzymałości płytek ceramicznych – rozkład Weibulla, *Szkło i Ceramika*, 59, (2008), 26–28.
[6] Rećko, W. M, Karaś, J.: Rozkład Weibulla dla wytrzymałości na ściskanie, *Szkło i Ceramika,* 59, (2008), 2–5.
[7] Rećko, W. M.: Rozkład Weibulla w badaniach wytrzymałości tworzyw ceramicznych, *Materiały Ceramiczne*, 1, (2004), 15–18.
[8] Łukasik, W., Rećko, W. M.: Statystyczna interpretacja pomiarów wytrzymałości tworzyw ceramicznych, *Szkło i Ceramika*, 56, (2005), 13–18.
[9] Rećko, W. M: Cztery sprostowania dotyczące dwuparametrowego rozkładu Weibulla, *Szkło i Ceramika*, 58, (2007), 30–31.
[10] Olszyna, A. R.: *Twardość a kruchość tworzyw ceramicznych*, Oficyna wydawnicza Politechniki Warszawskiej, Warszawa, (2004), 30–36.
[11] Rećko, W. M.: Grafika rozkładu Weibulla, *Szkło i Ceramika*, 63, (2012), 40–44.
[12] PN-EN 843-5: 2007, Techniczna ceramika zaawansowana Właściwości mechaniczne ceramiki monolitycznej w temperaturze pokojowej Część 5: Analiza statystyczna.

♦

Otrzymano 27 lipca 2013, zaakceptowano 3 września 2013