

Prüfung von keramischen Hochleistungswerkstoffen

4-Punkt-Biegeversuch

Statistische Auswertung

Ermittlung der Weibull-Parameter

DIN**51 110**

Teil 3

Testing of advanced technical ceramics; 4-point-bending test; statistical evaluation, Determination of the Weibull-parameters

Essai de céramiques techniques avancées; Essai de flexion par quatre points; évaluation statistique, Vérification de paramètres après Weibull

1 Anwendungsbereich und Zweck

In dieser Norm ist ein Verfahren festgelegt, mit dem die statistische Verteilung der nach DIN 51 110 Teil 1 und Teil 2 (z.Z. Entwürfe) ermittelten Biegefestigkeit bestimmt werden kann. Voraussetzung für die Anwendung dieses Verfahrens ist, daß alle Meßwerte unter nominell identischen Versuchsbedingungen ermittelt wurden und daß alle untersuchten Proben spröde gebrochen sind.

2 Formelzeichen und Benennungen σ_{4B} Biegebruchfestigkeit, ermittelt im 4-Punkt-Biegeversuch $F(\sigma_{4B})$ Verteilungsfunktion der Biegebruchfestigkeit n Anzahl der geprüften Proben m σ_0 Parameter der Weibull-Verteilung $\hat{m}$ $\hat{\sigma}_0$ Schätzwerte für die Parameter der Weibull-Verteilung, ermittelt mit der Maximum-Likelihood-Methode h_i relative Bruchwahrscheinlichkeit ε gewünschte relative Genauigkeit (Fehlerschranke) b Korrekturfaktor für den Schätzwert $\hat{m}$ A untere Grenze des Vertrauensbereiches B obere Grenze des Vertrauensbereiches } für Parameter σ_0 C untere Grenze des Vertrauensbereiches D obere Grenze des Vertrauensbereiches } für Parameter m t_1, t_2 Faktoren zur Bestimmung des Konfidenzintervalls von σ_0 l_1, l_2 Faktoren zur Bestimmung des Konfidenzintervalls von m α Mißtrauensniveau $\alpha/2$ Mißtrauensmaß

Fortsetzung Seite 2 bis 16

Normenausschuß Materialprüfung (NMP) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V.

3 Grundlage des Verfahrens

Mit dem nach DIN 51 110 Teil 1 und Teil 2 (z. Z. Entwürfe) festgelegten Verfahren seien an n Proben die Biegefestigkeiten $\sigma_{4B,i}$ ($i = 1, \dots, n$) bestimmt worden. Die Biegefestigkeit wird als stochastische Größe betrachtet; die gemessenen Biegefestigkeiten sind also Beobachtungswerte nach DIN 55 302 Teil 1. Eine derartige Stichprobe ist in Tabelle D.1 (Anhang D) dargestellt. Sie ist dem Anwendungsbeispiel im Anhang D zugrunde gelegt.

In den folgenden Abschnitten wird beschrieben, wie an eine derartige Stichprobe eine zweiparametrische Weibull-Verteilung

$$F(\sigma_{4B}) = 1 - \exp\left(-\left(\frac{\sigma_{4B}}{\sigma_0}\right)^m\right) \quad (1)$$

mit den Parametern m , σ_0 angepaßt werden kann. In Gleichung (1) bezeichnet $F(\sigma_{4B})$ die Verteilungsfunktion.

ANMERKUNG: Verallgemeinerungen der Weibull-Verteilung (Gleichung (1)) sollen hier nicht betrachtet werden. Insbesondere wird kein Verfahren angegeben, wie die Parameter einer dreiparametrischen Weibull-Verteilung oder einer bimodalen Weibull-Verteilung bestimmt werden. Obwohl derartige Verteilungen in Einzelfällen eine bessere Übereinstimmung zwischen angepaßter Kurve und Daten ergeben können, wird ihre Verwendung im allgemeinen nicht empfohlen, da die üblichen Verfahren zur Parameterbestimmung zu numerischen Instabilitäten führen können. Eine Auswertung der Daten mit dem in den folgenden Abschnitten beschriebenen Verfahren ist deshalb in allen Fällen vor einer weitergehenden Analyse durchzuführen.

4 Durchführung des Verfahrens

4.1 Graphische Darstellung der Ergebnisse

Die graphische Darstellung erfolgt in einem sogenannten Weibull-Diagramm, in dem für die Achsen ein geeigneter nichtlinearer Maßstab gewählt wird, so daß die Weibull-Verteilung (Gleichung (1)) als Gerade dargestellt wird.

Dazu werden zunächst die Beobachtungswerte der Biegefestigkeit der Größe nach geordnet. Dem i -ten Wert der geordneten Stichprobe werden der Rang i und die relative Bruchwahrscheinlichkeit

$$h_i = \frac{i - 0,5}{n} \quad (2)$$

zugeordnet (siehe Tabelle D.2 und Bild im Prüfbericht im Anhang D).

Auf der Abszisse wird der natürliche Logarithmus der gemessenen Biegefestigkeit

$$x_i = \ln \sigma_{4B,i} \quad (3a)$$

und auf der Ordinate die Größe

$$y_i = \ln \ln \frac{1}{1 - h_i} \quad (3b)$$

aufgetragen. Der Maßstab auf der Abszisse ist so zu wählen, daß der Meßbereich im wesentlichen die ganze Achse überdeckt.

Tabelle D.3 im Anhang D enthält die für das Beispiel bestimmten Wertepaare, die im Weibull-Diagramm (Bild im Prüfbericht) aufgetragen sind. Die Daten liegen ausreichend genau auf einer Geraden, so daß die Auswertung der Daten mit der Weibull-Verteilung (Gleichung (1)) sinnvoll erscheint.

Abweichungen von der erwarteten linearen Form können bereits durch die natürliche statistische Streuung auftreten. Bei starken Krümmungen und Knicken sind neben der hier beschriebenen Auswertung noch zusätzliche Untersuchungen erforderlich.

ANMERKUNG: Das im Fachhandel erhältliche Weibull-Papier, bei dem auf den Koordinatenachsen bereits ein entsprechender nichtlinearer Maßstab aufgetragen ist, ist in den meisten Fällen nicht für die Auftragung der Biegefestigkeitsverteilung geeignet, da die Gerade zu steil wird und nicht mehr beurteilt werden kann, wie gut die Daten durch eine Weibull-Verteilung beschrieben werden.

4.2 Bestimmung der Parameter der Weibull-Verteilung

4.2.1 Maximum-Likelihood-Schätzwerte

Zur Bestimmung der Parameter m und σ_0 der Weibull-Verteilung (Gleichung (1)) ist die Maximum-Likelihood-Methode zu verwenden. Die damit ermittelten Parameter werden die Maximum-Likelihood-Schätzwerte der Weibull-Parameter genannt und mit $\hat{m}$, $\hat{\sigma}_0$ bezeichnet. Die Anpassung einer Ausgleichsgeraden im Weibull-Diagramm, wie in der älteren Literatur häufig beschrieben, ist nicht zulässig, da die in den Abschnitten 4.2.2 und 4.2.3 beschriebenen weiterführenden Auswertungen als wesentlicher Bestandteil der statistischen Analyse anzusehen sind und in der angegebenen Form nur für die Maximum-Likelihood-Schätzwerte gültig sind.

Zunächst wird der Parameter $\hat{m}$ durch numerische Lösung der nichtlinearen Gleichung

$$\frac{n}{\hat{m}} + \sum_{i=1}^n \ln \sigma_{4B,i} - n \cdot \frac{\sum_{i=1}^n \sigma_{4B,i}^{\hat{m}} \ln \sigma_{4B,i}}{\sum_{i=1}^n \sigma_{4B,i}^{\hat{m}}} = 0 \quad (4)$$

bestimmt. Die Lösung kann im Prinzip mit einem beliebigen numerischen Verfahren erfolgen. Die Intervallhalbierungsmethode, die im Anhang A angegeben ist, liefert erfahrungsgemäß nach wenigen Iterationen eine ausreichend genaue Lösung.

Mit $\hat{m}$ kann der Schätzwert des zweiten Parameters $\hat{\sigma}_0$ aus der Gleichung

$$\hat{\sigma}_0 = \left(\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n \sigma_{4B,i}^{\hat{m}} \right)^{1/\hat{m}} \quad (5)$$

bestimmt werden.

4.2.2 Korrektur des Maximum-Likelihood-Schätzwertes von m

Der Maximum-Likelihood-Schätzwert $\hat{m}$, der sich als Lösung der nichtlinearen Gleichung (4) ergibt, liegt im Mittel über dem unbekannten wahren Wert m , der damit geschätzt werden soll, d. h., $\hat{m}$ ist nicht erwartungstreu. Deshalb muß ein Korrekturfaktor b eingeführt werden, und es gilt:

$$\hat{m}_{\text{korr}} = \hat{m} \cdot b, \quad (6)$$

wobei b in Abhängigkeit von der Anzahl n der geprüften Proben aus Tabelle B.1 im Anhang B abgelesen wird.

4.2.3 Vertrauensbereiche

Ein Maß für die Genauigkeit der nach Abschnitt 4.2.1 und Abschnitt 4.2.2 aus den Daten bestimmten Parameter bilden die zugehörigen Vertrauensbereiche. Eine vollständige statistische Auswertung enthält neben den Maximum-Likelihood-Schätzwerten stets auch die Vertrauens-

ensbereiche. Durch die „natürliche“ Streuung der Meßwerte für die Biegefestigkeit ergeben sich bei zwei Meßreihen mit jeweils n Proben bei identischen Versuchsbedingungen unterschiedliche Werte für $\hat{m}_{\text{korr}}$ und $\hat{\sigma}_0$. Die Werte stimmen innerhalb der statistischen Unsicherheit miteinander überein, wenn sich die einander entsprechenden Vertrauensbereiche überlappen.

Für die Ermittlung der Vertrauensbereiche ist zunächst ein Vertrauensniveau $1 - \alpha$ zu wählen. Es ist üblich, dies auf 90 % oder 95 % festzusetzen. Das Vertrauensniveau muß stets zusammen mit dem Vertrauensbereich angegeben werden.

Der Vertrauensbereich für den Parameter σ_0 wird aus Tabelle B.2 im Anhang B bestimmt. Für die vorhandene Probenzahl ist bei $\alpha/2$ die Konstante t_1 und bei $1 - \alpha/2$ die Konstante t_2 zu bestimmen. Die untere Grenze des Vertrauensbereiches ergibt sich zu:

$$A = \hat{\sigma}_0 \cdot \exp\left(-\frac{t_2}{\hat{m}}\right), \quad (7)$$

während die obere Grenze aus

$$B = \hat{\sigma}_0 \cdot \exp\left(-\frac{t_1}{\hat{m}}\right) \quad (8)$$

folgt.

Der Vertrauensbereich für den Parameter m wird aus Tabelle B.3 im Anhang B bestimmt. Für die vorhandene Probenzahl ist bei $\alpha/2$ die Konstante l_1 und bei $1 - \alpha/2$ die Konstante l_2 zu bestimmen.

Die untere Grenze des Vertrauensbereiches ergibt sich zu:

$$C = \frac{\hat{m}}{l_2}, \quad (9)$$

während die obere Grenze aus

$$D = \frac{\hat{m}}{l_1} \quad (10)$$

folgt.

5 Prüfbericht

Die Ergebnisse der statistischen Auswertung sind in das im Anhang C dargestellte Formblatt einzutragen. Die Angabe der Parameter-Schätzwerte und der Biegefestigkeitswerte muß nach DIN 51110 Teil 1 (z.Z. Entwurf), Abschnitt 8e), erfolgen. Die Weibull-Verteilung mit den Parametern $m = \hat{m}_{\text{korr}}$ und $\sigma_0 = \hat{\sigma}_0$ ist in das Weibull-Diagramm, das nach Abschnitt 4.1 erstellt wurde und die gemessenen Biegefestigkeiten mit den zugehörigen Bruchwahrscheinlichkeiten enthält, einzuzichnen. Die Weibull-Verteilung ergibt in dieser Darstellung eine Gerade mit der Steigung $\hat{m}_{\text{korr}}$ und dem y-Achsenabschnitt $-\hat{m}_{\text{korr}} \cdot \ln \hat{\sigma}_0$ und wird z.B. durch die Punktepaare

$$x_1 = \frac{-2,250}{\hat{m}_{\text{korr}}} + \ln \hat{\sigma}_0, y_1 = -2,250, \text{ d.h. } F(\sigma_{4B}) = 0,1, \quad (11a)$$

$$x_2 = \frac{0,834}{\hat{m}_{\text{korr}}} + \ln \hat{\sigma}_0, y_2 = 0,834, \text{ d.h. } F(\sigma_{4B}) = 0,9, \quad (11b)$$

bestimmt. Diese Kurve weicht von der „optisch besten“ Ausgleichsgeraden im allgemeinen ab und liegt näher an den Punkten mit höherer Häufigkeit.

Anhang A

Die Intervallhalbierungsmethode zur Bestimmung der Lösung der nichtlinearen Gleichung (4) für $\hat{m}$

Wird mit $g(\hat{m})$ die linke Seite der Gleichung (4) bezeichnet, so kann mit der Intervallhalbierungsmethode eine Nullstelle von $g(\hat{m})$ bestimmt werden, d.h. Gleichung (4) gelöst werden. Es handelt sich dabei um ein Iterationsverfahren, mit dem, ausgehend von einem Startintervall (X_1, X_2) , Näherungslösungen $\hat{m}(j)$ für $\hat{m}$ durch Intervallhalbierung bestimmt werden.

In diesem Anhang sind ein FORTRAN- und ein PASCAL-Unterprogramm für die Intervallhalbierungsmethode angegeben. Eingabegrößen sind die Biegebruchspannungen $\sigma_{4B,i}$ (Variable SIG), die Anzahl der Meßwerte n (Variable NI) und die gewünschte relative Genauigkeit ε (Variable EPS).

A.1 FORTRAN-Unterprogramm

```

C*****
      SUBROUTINE INTHAL (SIG, NI, EPS, WEIB)
C*****
      PARAMETER (ITMAX=1000)
      IMPLICIT DOUBLE PRECISION (A-H, O-Z)
C
      EINGABE DES STARTINTERVALLS
11    CONTINUE
      PRINT 900, 'STARTINTERVALL EINGEBEN (A, B):'
      PRINT *, '(EMPFOHLENE WERTE: 0.1, 100.)'
      READ*, A, B
      X1=A
      X2=B
      ITER=0
      F1=FUNKT (X1, SIG, NI)
      F2=FUNKT (X2, SIG, NI)
      IF (F1*F2.GE.O.O) THEN
        PRINT 900, 'INTERVALL ENTHAELT KEINE/MEHRERE NULLSTELLEN!'
        PRINT *, 'BITTE NEUES STARTINTERVALL EINGEBEN!'
        GOTO 11
      ENDIF
100   CONTINUE
      ITER=ITER+1
      IF (ITER.GT.ITMAX) THEN
        PRINT *
        PRINT *, 'VERLANGTE GENAUIGKEIT NACH',ITMAX,' ITERATIONEN'
        PRINT *, 'NICHT ERREICHT'
        WEIB=X3
        GOTO 500
      ENDIF
      X3=(X1+X2)/2.
      F3=FUNKT(X3,SIG,NI)
      IF (F3.EQ.O.O) THEN
        WEIB=X3
        GOTO 200
      ENDIF
      IF (F2*F3.LT.O.O) THEN
        X1=X2
        X2=X3
        F1=F2
        F2=F3
      ELSE
        X2=X3
        F2=F3
      ENDIF

```

```

C      PRUEFEN DER ABBRUCHBEDINGUNG
      IF (ABS(X2-X1).GT.ABS(X2)*EPS) THEN
        GOTO 100
      ELSEIF (ABS(F2).LE.ABS(F1)) THEN
        WEIB=X2
      ELSE
        WEIB=X1
      ENDIF
200    CONTINUE
C      ERGEBNIS
      PRINT *
      PRINT *, 'RELATIVE GENAUIGKEIT ',EPS,' ERREICHT MIT'
      PRINT *, ITER,' ITERATIONEN'
      PRINT *, 'STARTINTERVALL WAR: ', A,B
      PRINT *
500    CONTINUE
900    FORMAT('O',A)
      RETURN
      END
*
*
      DOUBLE PRECISION FUNCTION FUNKT(X, SIG, NI)
C
C →      SIG:  FELD MIT SIG-WERTEN
C →      NI:   FELDGROESSE
C →      X:    STELLE DER AUSWERTUNG
C
      IMPLICIT DOUBLE PRECISION (A-H, O-Z)
C
      DOUBLE PRECISION SIG(NI)
C
      SUM1=0.
      SUM2=0.
      SUM3=0.
      DO 10 I=1, NI
        SUM1=SUM1+LOG(SIG(I))
        SUM2=SUM2+LOG(SIG(I))*SIG(I)**X
        SUM3=SUM3+SIG(I)**X
10    CONTINUE
      DNI=DBLE(NI)
      FUNKT=DNI/X+SUM1-DNI*SUM2/SUM3
C
      RETURN
      END

```