

ANÁLISIS ESTADÍSTICO DE DEFECTOS EN BALDOSAS CERÁMICAS ESMALTADAS Y NO ESMALTADAS MEDIANTE LA DISTRIBUCIÓN DE WEIBULL

M. Zarabian^{a,b}, B. Eftekhari Yekta^{a,b}, A. Saghafi^c, V. Jafarniya^d

^aDivisión de Cerámica, Departamento de los Materiales, Iran University of Science and Technology, Narmak, Teherán, Irán

^bIranian Ceramic Society, Teherán, Irán

^cDivisión de Estadística, School of Mathematics, Iran University of Science and Technology, Narmak, Teherán, Irán

^dDivisión de Cerámica, Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería, Sharif University of Technology, Teherán, Irán

RESUMEN

Se midió la resistencia a la flexión en tres puntos de baldosas esmaltadas y no esmaltadas. Se estimaron los valores de los parámetros de Weibull por Regresión Lineal (LR), Momento (M) y Probabilidad Máxima (ML). El método LR presentó la distancia de Kolmogorov mínima, indicando que era más preciso en la determinación de los parámetros de Weibull. Por otra parte, mientras que la resistencia característica y las resistencias medias aumentaron mediante el esmaltado, el módulo de Weibull disminuyó. Las distribuciones de resistencia de las baldosas esmaltadas y de las no esmaltadas eran totalmente diferentes, es decir presentaron una distribución bimodal y distribución unimodal, respectivamente. Este comportamiento se ha atribuido a los nuevos defectos generados a partir del esmaltado.

1. INTRODUCCIÓN

La cerámica presenta muchas propiedades mecánicas excelentes, como valores altos de dureza, rigidez, módulo elástico, y resistencia al desgaste; sin embargo, la gran dispersión en la resistencia a la fractura es su principal desventaja ya que incide negativamente en su desarrollo como componente estructural. De hecho, las mismas piezas cerámicas bajo las mismas condiciones de carga presentan diferentes valores de resistencia. Esta amplia dispersión en los valores de resistencia de la cerámica genera una baja fiabilidad y, cuando se junta con una pobre tenacidad, incrementa la probabilidad de un fallo catastrófico [1-3]. La naturaleza probabilística de la fractura en la cerámica frágil se deriva de la distribución arbitraria de los defectos microestructurales críticos, de tamaño, forma y orientación diferentes, los cuales son inevitables, incluso en el proceso de alta tecnología [4].

Por esta razón, el comportamiento mecánico de los componentes cerámicos debería determinarse de forma estadístico a través de la investigación de la población de defectos; sin embargo, la caracterización de los orígenes de la fractura y la determinación de las poblaciones de defectos requieren una fractografía compleja y laboriosa. Ya que la distribución de los datos de resistencia mapea la población de defectos, la evaluación se basa en la variabilidad de la resistencia a la fractura [5]. La investigación estadística de la resistencia a la fractura también proporciona una permuta entre los valores de alta resistencia y la baja variabilidad, porque ambos son cuestiones importantes en las aplicaciones estructurales.

La función de probabilidad más conocida para la caracterización de la distribución de la resistencia en los materiales frágiles es la distribución de Weibull, la cual se basa en la hipótesis del eslabón más débil [6]. Generalmente, la función de la distribución de Weibull puede utilizarse para la investigación de muchos fenómenos, donde la probabilidad de un acontecimiento en una parte del objeto es igual a la probabilidad del acontecimiento en el objeto en su conjunto, como una cadena que se rompe cuando uno de su eslabones más débiles falla [7]. Weibull propuso la siguiente ecuación:

$$P_f = 1 - \exp \left[- \int_V \left(\frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^m dV \right] \quad \sigma > 0$$

donde, P_f es la probabilidad del fallo, σ_0 es la resistencia característica de Weibull que está íntimamente relacionada con la resistencia media a la fractura, V es la región sometida al esfuerzo de tracción, y m es el módulo de Weibull, que indica la dispersión de los valores de resistencia [8]. Un valor más bajo de m conduce a una dispersión más amplia de la resistencia a la fractura, la cual corresponde a una menor uniformidad de los defectos, mientras que un valor más alto de m indica una menor variabilidad en la distribución del tamaño de los defectos y en la resistencia a la fractura, de modo que se prevé un nivel más alto de integridad [9]. Existen diferentes métodos para estimar los parámetros de Weibull, que incluyen

la Regresión Lineal (LR), los Momentos y la Probabilidad Máxima (ML) que se comentan en [10, 11].

En este trabajo, utilizamos la función estadística de Weibull para analizar el comportamiento en la fractura de dos series de baldosas esmaltadas y no esmaltadas.

2. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

Las muestras utilizadas en este experimento fueron elegidas aleatoriamente entre los productos de la empresa Irana Tile Co. Se estudiaron por los menos 30 muestras idénticas en cada serie.

Las muestras no esmaltadas, identificadas en adelante con la referencia C1, fueron cocidas en un horno de rodillos de cocción rápida a 1100°C con un tiempo de residencia a esta temperatura de aprox. 5 min. La serie esmaltada, identificada en adelante con la referencia C2, fue sometida a una segunda cocción del esmalte. La temperatura máxima de cocción y el tiempo máximo total de cocción eran 1030°C y 40 min, respectivamente.

Se ha utilizado un dispositivo de ensayo de flexión en 3 puntos para medir la resistencia a la flexión de los grupos C1 y C2. Las dimensiones nominales de las series C1 y C2 eran de 40cm×25cm×7cm, con una distancia entre apoyos de 38cm y una velocidad de la traviesa de 0.5mm/min. Los valores de la resistencia a la flexión obtenidos para las series C1 y C2 se han tabulado en orden ascendente en la tabla 1 y la tabla 2, respectivamente.

Nº de la muestra.	Resistencia a la flexión (kg/cm ²)
1	131.64
2	136.90
3	139.61
4	140.02
5	143.16
6	144.92
7	145.82
8	147.14
9	150.23
10	152.84
11	154.26
12	155.11
13	155.93
14	156.89
15	156.89
16	157.76
17	158.00
18	158.70
19	158.74
20	159.17
21	159.49

22	161.30
23	163.00
24	163.14
25	163.52
26	163.55
27	163.66
28	164.95
29	166.43
30	166.55
31	167.04
32	167.67
33	168.04
34	168.04
35	173.63

Tabla 1. Valores de resistencia medidos en el ensayo de flexión en 3 puntos para las piezas no esmaltadas (C1)

Nº de la muestra.	Resistencia a la flexión (kg/cm ²)
1	157.47
2	158.99
3	159.73
4	166.74
5	170.06
6	173.29
7	175.90
8	179.07
9	181.29
10	181.51
11	184.33
12	185.47
13	190.20
14	193.17
15	197.21
16	200.65
17	203.77
18	203.99
19	205.84
20	206.40
21	208.05
22	208.82
23	210.44
24	211.64
25	211.82
26	212.23
27	213.98
28	214.64
29	214.74
30	214.82
31	215.55
32	216.33
33	217.16
34	218.31
35	218.52
36	222.09

Tabla 2. Valores de resistencia medidos en el ensayo de flexión en 3 puntos para las piezas esmaltadas (C2)

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En este trabajo, se han utilizado tres tipos de estimadores, incluyendo la Regresión Lineal (LR), el Momento (M) y la Probabilidad Máxima (ML), para estimar los parámetros de Weibull, incluyendo el módulo de Weibull o parámetro de forma y parámetro de escala para ambos grupos. La explicación completa de estos métodos puede encontrarse en [10, 11]. Se aplicaron diferentes expresiones para definir el estimador de la probabilidad en el método de LR. Ya que se ha demostrado que $P_f = \frac{n-0,5}{N}$ conduce a la estimación menos sesgada del módulo de Weibull, en este trabajo se ha utilizado esta expresión [12, 13]. La tabla 3 presenta los parámetros de Weibull de las series C1 y C2 estimados por medio de tres estimadores diferentes.

Referencia	LR		M		ML	
	σ_0	m	σ_0	M	σ_0	m
C1	160.10	18.71	159.70	19.15	159.00	20.07
C2	220.75	11.75	218.56	12.22	214.03	13.57

Tabla 3. Los parámetros de Weibull de las series C1 y C2 estimados por medio de los tres métodos de LR, M, ML.

En la tabla 3 se puede observar que los diferentes métodos de evaluación generaron diferentes valores para los parámetros de Weibull. La distribución acumulada empírica (función del fallo) y las funciones ajustadas del fallo para los diferentes estimadores y muestras se presentan en las figuras 1 y 2.

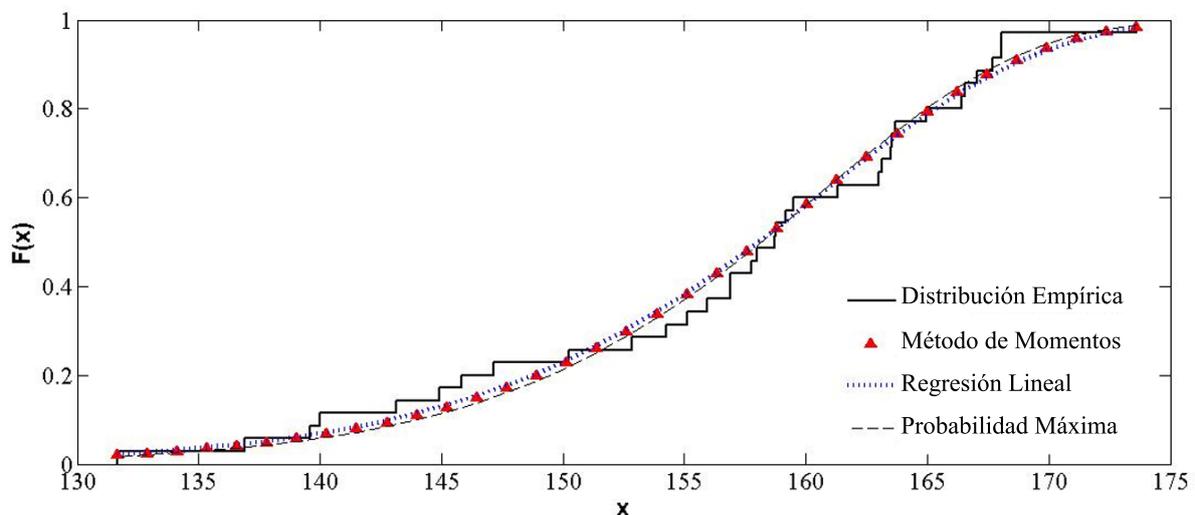


Figura 1. Comparación de la función de distribución acumulada de tres estimadores y de los resultados empíricos para C1

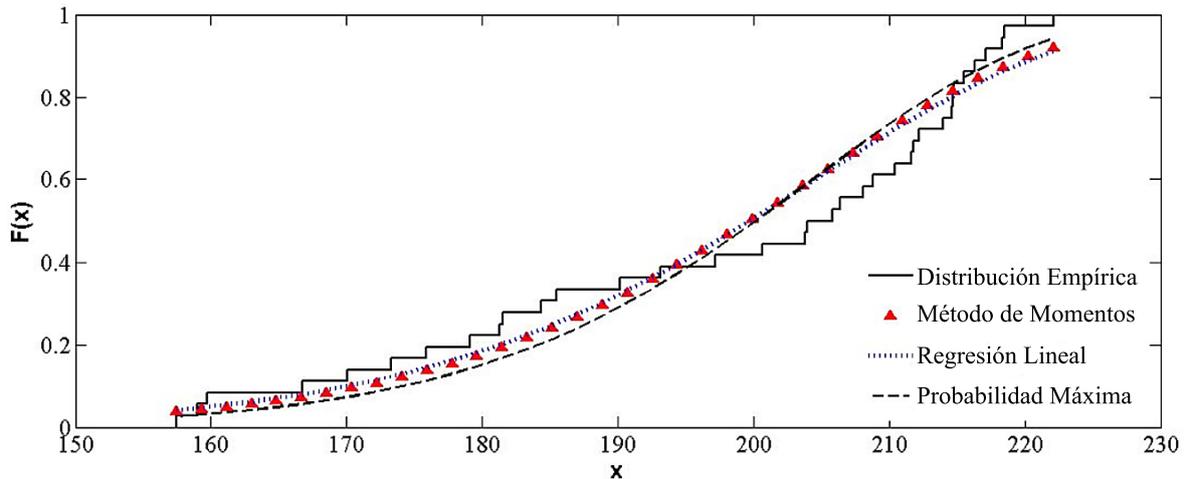


Figura 2. Comparación de la función de distribución acumulada de tres estimadores y de los resultados empíricos para C2

Existen varios criterios para determinar la compatibilidad de la función de distribución ajustada con los datos empíricos. La prueba de Kolmogorov–Smirnov (prueba K-S) es uno de los métodos más útiles y más populares, e indica la adecuación del estimador y los datos [14]. Las distancias K-S para los tres métodos de estimación y las muestras se presentan en la tabla 4.

Referencia	Regresión lineal	Momento	Probabilidad Máxima
C1	0.0841	0.0845	0.0906
C2	0.1468	0.1535	0.1586

Tabla 4. Los valores de la prueba de Kolmogorov-Smirnov para los diferentes métodos de estimación.

En la tabla 4 se puede apreciar claramente que para ambas muestras, el método LR proporciona la distancia Kolmogorov–Smirnov mínima, indicando que se puede obtener una mayor precisión al utilizar este método que con los estimadores de M y ML.

Sobre la base de las tablas 3 y 5, se puede observar que tanto los valores de la resistencia característica de Weibull y las resistencias medias de C2 son más altos que los de C1. La capa de esmalte puede cubrir las grietas de la superficie del soporte, protegiéndolas de las tensiones externas y, de este modo, mejorar la resistencia característica y las resistencias medias, considerablemente. La tabla 3 también presenta un módulo de Weibull (m) más alto para las piezas de la serie C1 comparado con las de la serie C2, en los tres diferentes métodos, lo cual significa que la serie C2 sufre de un tamaño de defecto más disperso. Además, según la tabla 5, se observa que la varianza presenta un valor más alto para la serie C2,

confirmando una dispersión más amplia de los valores de resistencia a la fractura de las piezas esmaltadas.

Referencia	Resistencia media	Varianza
C1	156.68	102.59
C2	197.34	385.39

Tabla 5. Valores de la resistencia media y de la varianza para las series C1 y C2

En la figura 3 se presenta la representación gráfica de Weibull de los valores de resistencia para ambas muestras. En una representación gráfica de Weibull, típicamente, $\ln(\ln(1/(1-P_f)))$ se representan contra $\ln(\sigma)$. Como se puede observar en la figura 3, los valores de resistencia de C1 se ajustan de forma apropiada a una línea recta; sin embargo, los datos para C2 no se ajustan de forma apropiada a la línea recta y por tanto se desvían de la distribución de Weibull. Los resultados indican que se requiere un modelo más complejo, es decir una distribución bimodal o multimodal de Weibull para describir los valores de los datos de C2, debido a la importante desviación de los datos de C2 de la distribución unimodal de Weibull. Como se aprecia en la tabla 4, los valores de R^2 para C1 son más altos que los correspondientes para C2, siendo 0.98 y 0.93 respectivamente, y de forma inversa, los valores de K-S para C1 son más bajos que los correspondientes para C2. Estos valores confirman la deficiencia del modelo unimodal para describir la distribución de la resistencia a la fractura de las piezas esmaltadas.

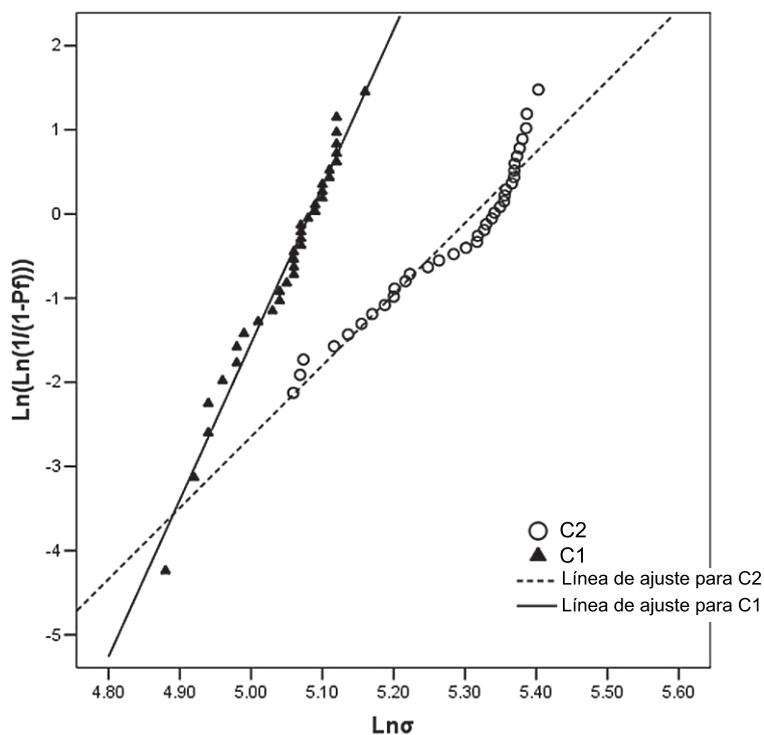


Figura 3. Representación gráfica de Weibull para C1 y C2

Por lo tanto, la distribución bimodal de Weibull ha sido utilizada para la investigación realizada a continuación. Para ello, las medidas de resistencia para C2 se han dividido en dos categorías, C2-1 y C2-2. Los datos de resistencia a la fractura se han clasificado sobre la base de los valores más altos para R^2 de las líneas de ajuste de C2-1 y de C2-2. La figura 4 muestra la distribución de la resistencia unimodal y bimodal para C1 y C2, respectivamente.

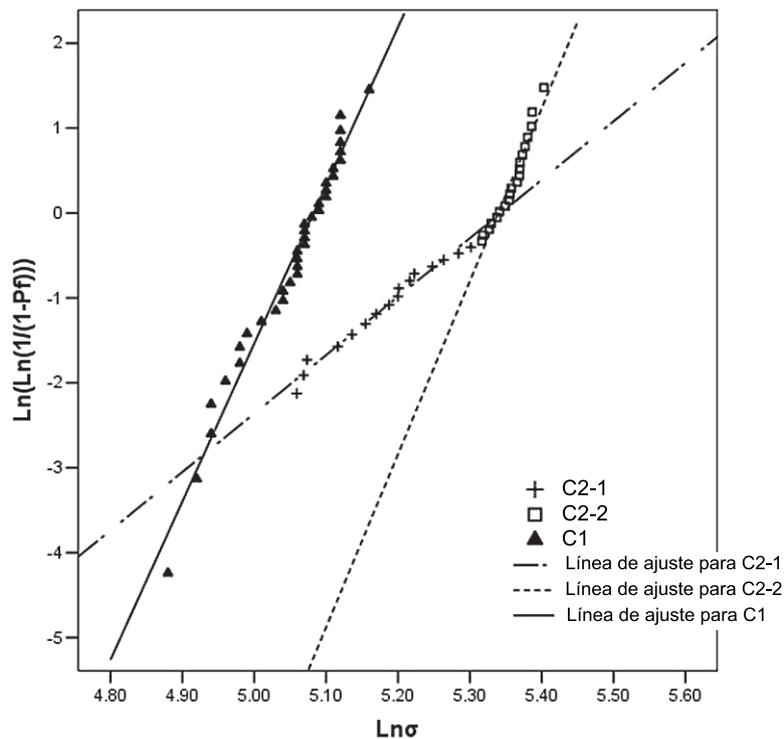


Figure 4. Representaciones gráficas de Weibull para los subgrupos de C2

La mejor adecuación de la distribución bimodal comparada con la distribución unimodal de C2 se caracteriza por la variación de los valores de R^2 , de la varianza y de K-S. Según se desprende de la tabla 6, los valores de R^2 en C2-1 y C2-2 son más altos que los correspondientes de C2, demostrando de este modo que la distribución bimodal concuerda de forma más apropiada con los valores de resistencia. Además, una disminución significativa de la varianza y de los valores de K-S justifica el uso del modelo más complejo para la serie C2.

Referencia	Tamaño de la muestra	R^2	Varianza	K-S
C2-1	19	0.98	246.31	0.1249
C2-2	17	0.95	16.849	0.0919

Tabla 6. Los valores de R^2 , de la varianza y de K-S para C2-1 y C2-2.

Asimismo, cabe destacar que el ajuste de la distribución multimodal no modifica apreciablemente los valores de R^2 y de K-S y únicamente complica el modelo, por lo que no es preferible.

Tal y como se ha señalado anteriormente, sobre la base de la teoría del eslabón más débil, el defecto más serio del material determina su resistencia; por lo tanto, la distribución de la resistencia refleja la distribución de los defectos. En este caso, la distribución de los defectos en las baldosas esmaltadas y no esmaltadas es totalmente diferente. Los valores de resistencia de la muestra no esmaltada se alinean de forma apropiada a lo largo de una línea recta, y coinciden bien con la distribución de Weibull. Por consiguiente, en este grupo la fractura se desarrolla a partir de una sola población de defectos. Sin embargo, los datos de resistencia de la muestra esmaltada siguen una distribución bimodal y, por tanto, la fractura origina a partir de dos o más distribuciones de defectos simultáneas activas. La tabla 7 presenta la resistencia característica y el módulo de Weibull para los subgrupos de C2.

Referencia	σ_0	m
C2-1	278.62	6.61
C2-2	205.01	23.20

Tabla 7. Resistencia característica y módulo de Weibull para los subgrupos C2-1 y C2-2

En las piezas esmaltadas, los defectos pueden originar del soporte y de la capa de esmalte. Es decir, la falta de uniformidad de la capa esmaltada origina defectos no homogéneos. Ya que la distribución de la resistencia está íntimamente relacionada con la distribución de los defectos [5], observamos una distribución bimodal de la resistencia a la fractura. Por lo tanto, podemos concluir que el esmaltado introduce nuevos orígenes de defecto y modifica la distribución de los defectos así como la distribución de la resistencia a la fractura.

Se recomienda la realización de una investigación adicional para la confirmación de las distribuciones múltiples de defectos y la determinación de los orígenes de los defectos.

4. CONCLUSIONES

En este trabajo hemos utilizado el modelo estadístico de la distribución de Weibull para investigar la resistencia a la fractura de piezas esmaltadas y no esmaltadas. Se han utilizado tres diferentes métodos, concretamente de Regresión Lineal (LR), Momentos y Probabilidad Máxima (ML), para estimar el módulo del Weibull y la resistencia característica. El resultado indica que mientras que la resistencia característica y las resistencias medias de las muestras aumentaron con el

esmaltado, el módulo de Weibull disminuía de forma inversa. La distribución de la resistencia las piezas no esmaltadas era unimodal; sin embargo, las piezas esmaltadas presentaron una distribución bimodal. Ya que la distribución de los defectos y la distribución de la resistencia a la fractura están íntimamente relacionadas, concluimos que el esmaltado genera nuevos orígenes de defectos.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen al Dr. Hossain Mollaie su ayuda en la preparación de los productos cerámicos.

BIBLIOGRAFÍA

- [1] Benetti, P., et al., *The effect of porcelain thickness and surface liner application on the fracture behavior of a ceramic system*. Dental Materials. **27**(9): p. 948-953.
- [2] Matsuo, Y., et al., *Decreasing the number of test specimens by utilizing both fracture stress and fracture location for the estimation of Weibull parameter*. Journal of Materials Science, 2004. **39**(1): p. 271-280.
- [3] Richerson, D.W., *Modern ceramic engineering: properties, processing, and use in design*, ed. 2. 1992: Marcel Dekker, Inc. .
- [4] Basu, B., et al., *Is Weibull distribution the most appropriate statistical strength distribution for brittle materials?* Ceramics International, 2009. **35**(1): p. 237-246.
- [5] Danzer, R., et al., *Fracture statistics of ceramics – Weibull statistics and deviations from Weibull statistics*. Engineering Fracture Mechanics, 2007. **74**: p. 2919-2932.
- [6] Jadaan, O.M., et al., *Probabilistic Weibull behavior and mechanical properties of MEMS brittle materials*. Journal of Materials Science, 2003. **38**(20): p. 4087-4113.
- [7] Weibull, W., *A statistical Distribution Function of wide Applicability*. J. Appl. Mech., 1951. **18**: p. 293-305
- [8] Bourhis, E.L., *Glass: mechanics and technology*. 2008: WILEY-VCH Verlag GmbH & Co.KGAa.
- [9] Gong, J.H. and Y. Li, *Relationship between the estimated Weibull modulus and the coefficient of variation of the measured strength for ceramics*. Journal of the American Ceramic Society, 1999. **82**(2): p. 449-452.
- [10] Wu, D.F., J.C. Zhou, and Y.D. Li, *Methods for estimating Weibull parameters for brittle materials*. Journal of Materials Science, 2006. **41**(17): p. 5630-5638.
- [11] Khalili, A. and K. Kromp, *Statistical properties of Weibull estimators*. Journal of Materials Science, 1991. **26**(24): p. 6741-6752.

- [12] Bergman, B., *On the estimation of the Weibull modulus* Journal of Materials Science Letters, 1984. **3**(8): p. 689-692.
- [13] Wu, D., *et al.*, *Improved Estimation of Weibull Parameters with the Linear Regression Method*. J. Am. Ceram. Soc., 2004. **87**(9): p. 1799-1802.
- [14] Berger, M.H. and D. Jeulin, *Statistical analysis of the failure stresses of ceramic fibres: Dependence of the Weibull parameters on the gauge length, diameter variation and fluctuation of defect density*. Journal of Materials Science, 2003. **38**(13): p. 2913-2923.