УДК 621.921.34-492.2

Ю. В. Сирота, В. И. Кущ (г. Киев)

Статистический анализ прочности при сжатии единичных зерен порошков СТМ и усовершенствование методики ее оценки

Предложен новый подход к оценке прочности алмазного порошка, основанный на статистической теории экстремальных значений и обеспечивающий прогнозирование прочностных свойств по малой выборке. Проведен сравнительный статистический анализ ряда партий порошка. Показано, что прочность зерен порошка во всем исследованном диапазоне зернистостей и марок удовлетворительно аппроксимируется распределением Вейбулла, исследована связь параметров Вейбулла со средней прочностью. Исследована сходимость эмпирических статистик, сформулирован критерий достаточности объема выборки для оценки средней прочности зерен на сжатие. Установлена возможность уменьшения количества испытаний, что позволяет существенно сократить время, уменьшить износ наковален и тем самым снизить стоимость исследования. Изложенные результаты являются теоретической основой для усовершенствования существующих и разработки новых методик контроля качества порошков СТМ.

***Ключевые слова**: порошки СТМ, оценка прочности, статистическая теория, распределение Вейбулла, контроль качества.*

ВВЕДЕНИЕ

В настоящее время, согласно ДСТУ 3292–95 [1], марку алмазного порошка определяет диапазон, в который попадают два параметра – его размер (зернистость) и прочность при сжатии (среднее значение разрушающей нагрузки для заданного числа алмазных зерен). Вероятно, наиболее очевидными и существенными недостатками такого способа классификации порошков являются его малая разрешающая способность и малая информативность. Так, к примеру, для порошка АС100 400/315 допустимая вариация по размеру равна 2×(400–315)/(400+315)×100 ≈ 24 %, по прочности – 2×(195–156)/(195+156)×100 ≈ 22 %, и эти значения возрастают с уменьшением размера зерна. При этом следует помнить о том, что речь идет о средних значениях: в действительности, каждая марка порошка содержит определенную долю частиц с прочностью, далеко выходящей за границы указанного диапазона. Эта доля характеризуется дисперсией (разбросом) прочности и может быть весьма различной при неизменной средней прочности: естественно ожидать, что порошки с различной дисперсией будут отличаться и по эксплуатационным свойствам. Достаточно общей является ситуация, когда одну и ту же марку имеют порошки, существенно отличающиеся по составу и свойствам, что, в свою очередь, приводит к значительной (зачастую недопустимой) нестабильности качества изготовленного на их основе инструмента.

Выход из этой ситуации вполне очевиден и состоит в более детальном статистическом анализе свойств (распределений по размеру, по форме, по прочности и т. д.) алмазного порошка и исследовании влияния указанных статистических параметров на работоспособность алмазосодержащего инструмента. В настоящей работе речь идет о решении первой части проблемы; вторая часть представляет собой предмет отдельного исследования. Результаты, полученные ранее, представлены в [2–8].

Прочность зерен порошка СТМ – случайная величина, поэтому метод теории вероятности является естественным и единственным научно обоснованным подходом к ее описанию. В его рамках проблема классификации порошка должна быть корректно сформулирована как задача математической статистики, а для ее решения должен быть надлежащим образом использован математический аппарат теории вероятности.

ОБОЗНАЧЕНИЯ И ИДЕЯ ИССЛЕДОВАНИЯ

В последующем изложении используются следующие обозначения. Для непрерывных распределений интегральная функция распределения случайной величины ξ есть [9]

$$F_{\xi}(x) = \Pr(\xi \le x) = \int_{-\infty}^{x} p_{\xi}(t)\,dt\ , \tag{1}$$

где $p_{\xi}(t) = \dfrac{d}{dx}F_{\xi}(x)$ – плотность (дифференциальная функция) вероятности. Среднее значение (математическое ожидание) случайной величины ξ равно

$$E[\xi] = \int_{-\infty}^{\infty} t\, dF_{\xi}(t)\,, \tag{2}$$

среднеквадратическое (стандартное) отклонение D определяется соотношением

$$(D[\xi])^2 = \int_{-\infty}^{\infty} (t - E[\xi])^2\, dF_{\xi}(t)\,. \tag{3}$$

Соответствующие эмпирические (выборочные) статистические моменты для конечного набора N последовательных реализаций случайной величины (результатов измерений) $\xi = \{\xi_n\}_{n=1}^{N}$ может иметь следующий вид:

$$\hat{E}[\xi] = \frac{1}{N}\sum_{n=1}^{N}\xi_n; \qquad (\hat{D}[\xi])^2 = \frac{1}{N-1}\sum_{n=1}^{N}\left(\xi_n - \hat{E}[\xi]\right)^2\,. \tag{4}$$

Ошибка определения среднего оценивается как $S[\xi] = D[\xi]/\sqrt{N}$. Эмпирическая функция распределения для конечной выборки $\xi = \{\xi_n\}_{n=1}^{N}$ равна

$$\hat{F}_{\xi}(x) = \Pr(\xi_n \le x) = \sum_{\xi_n \le x} p_n\,, \tag{5}$$

где p_n – вероятность $\Pr(\xi = \xi_n)$ в данном эксперименте: в нашем случае $p_n = 1/N$, $n = 1, 2, \ldots, N$.

Теоретической основой предлагаемого подхода является статистическая теория экстремальных значений, первое систематическое изложение которой дано Гумбелем [10]. В настоящее время имеется обширная библиография как по математическим аспектам теории, так и по ее применению в различных областях, включая науку, технику, климатические явления, экономику, финансы, социологию и т. д. [11]. Типичная задача статистики экстремальных значений состоит в нахождении вероятности

$$\Pr[\xi \le C],\ \xi = \max\,(\xi_1, \xi_2, \ldots, \xi_n), \tag{6}$$

где ξ_i – одинаково распределенные случайные величины, а C – некоторое пороговое значение. Чисто математическая, на первый взгляд, проблема имеет весьма важный практический смысл – как показано в [12], множество задач, связанных с оценкой надежности конструкций, сооружений, материалов, может быть рассмотрено с позиций статистики экстремальных значений.

В частности, задача (6) естественным образом возникает при исследовании прочностных свойств алмазного порошка. В силу несовершенства технологии зерна алмаза содержат некоторое множество дефектов, являющихся концентраторами напряжений и приводящих к снижению разрушающей нагрузки. Обозначим через ξ_i критическое значение нагрузки при наличии только данного дефекта. Тогда, если пренебречь взаимным влиянием дефектов, выражение (6) – это вероятность разрушения наугад взятого зерна при приложении сжимающей нагрузки C. Другими словами, $\Pr[\xi \le C]$ есть не что иное, как интегральная (кумулятивная) вероятностная функция распределения прочности зерен алмазного порошка. Таким образом, можно полагать, что хорошо разработанный к настоящему времени математический аппарат статистической теории экстремальных значений может оказаться полезным при исследовании статистического распределения прочности алмазных зерен.

Один из центральных фундаментальных результатов указанной теории – теорема о трех типах асимптотических распределений [13]. Ее утверждение состоит в том, что функция распределения экстремальных значений множества независимых равномерно распределенных случайных величин с необходимостью принадлежит одному из трех типов: Гумбеля, Фреше или Вейбулла. Важно отметить, что все три типа распределений были установлены независимо эмпирическим путем и широко используются, в частности, при анализе хрупкой и усталостной прочности широкого круга конструкционных материалов. Теорема подтверждает фундаментальный характер этих распределений и служит, по существу, их теоретическим обоснованием. Что особенно важно, она также позволяет предсказать, какое из указанных распределений следует ожидать для данной случайной величины с учетом ограничений на диапазон ее изменения. В частности, для распределения Вейбулла общеупотребительной в технической литературе является формула

$$W(x) = \begin{cases} 1 - \exp\left\{-\left[(x - p_1)/p_3\right]^{p_2}\right\}, & x \ge p_1; \\ 0, & x < p_1, \end{cases} \tag{7}$$

используемая, как правило, в двухпараметрическом приближении ($p_1 = 0$). В последнем случае математическое ожидание и дисперсия распределенной по (7) случайной величины равны соответственно

$$E[\xi] = p_3\Gamma(1 + 1/p_2); \quad D[\xi] = p_3\sqrt{\Gamma(1 + 2/p_2) - \Gamma(1 + 1/p_2)^2}\ , \tag{8}$$

где $\Gamma(x)$ – гамма функция [14].

ОБОСНОВАНИЕ ВЫБОРА АППРОКСИМИРУЮЩЕЙ ФУНКЦИИ

В качестве объекта для статистического анализа взято 24 партии алмазного порошка различной зернистости (от 400/315 до 40/28) и различной прочности. Каждая партия (выборка) содержала от 50 до 100 зерен. Проведено исследование всех партий порошка на статическую прочность при сжатии с помощью прибора DDA-33 согласно [1]. Результаты испытаний, а именно наборы значений прочности отдельных зерен, являются исходными данными для нашего статистического исследования. Первоочередная задача этого исследования – ответ на вопрос о типе распределения прочности отдельных кристаллов СТМ, рассматриваемой в качестве случайной величины.

На рис. 1 показана построенная по результатам испытаний согласно формуле (5) эмпирическая функция распределения прочности порошка 400/315, а также ее наилучшая среднеквадратическая аппроксимация известными параметрическими распределениями – Гаусса и Вейбулла. Визуальная оценка, равно как и изложенные в предыдущем разделе предварительные соображения, говорит в пользу распределения Вейбулла (7). Вместе с тем окончательное решение этого вопроса требует применения специальной математической процедуры, а именно проверки статистической гипотезы о принадлежности выборки тому или иному распределению.

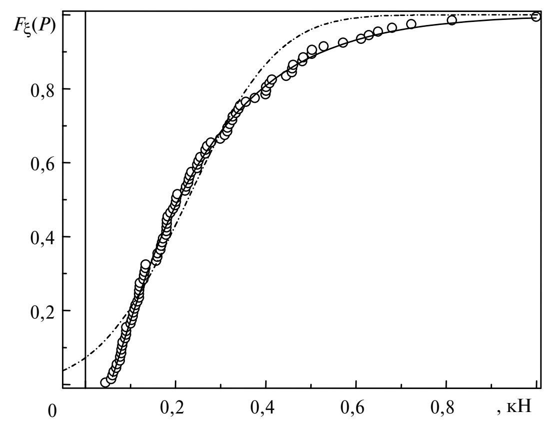

Рис. 1. Интегральная функция распределения показателя прочности порошка зернистости 400/315: эмпирическая функция (5) (○), ее аппроксимация распределением Вейбулла (—) и Гаусса (----).

В качестве дискриминирующей функции (критерия значимости) используем критерий Крамера-Мизеса [15, 16]

$$\omega^2 = \int_{-\infty}^{\infty} \left[\hat{F}(x) - F(x)\right]^2 dF(x), \tag{9}$$

обладающий более высокой разрешающей способностью в сравнении с традиционно используемыми критериями Колмогорова и Смирнова. Для упорядоченной выборки $\xi_1 < \xi_2 < \ldots < \xi_N$ соответствующая критерию (9) выборочная статистика имеет вид

$$T = N\omega^2 = \frac{1}{12N} + \sum_{i=1}^{N} \left[\frac{2i-1}{2N} - F(\xi_i)\right]^2. \tag{10}$$

Если T превышает критическое значение, то гипотеза о том, что данные выборки соответствуют распределению F, отвергается с вероятностью $1 - \beta$. Конкретно, для уровня значимости (вероятности ошибки) $\beta = 0{,}05$ критическое значение T равно 0,218 и 0,220 при N равном 30 и 100 соответственно, а для $\beta = 0{,}20$ T равно 0,128 и 0,129 при N равном 30 и 100 соответственно.

В табл. 1 приведены рассчитанные согласно (10) значения T для двухпараметрических распределений Гаусса $\Phi(x) = \frac{1}{2}\{1 + \mathrm{erf}[(x - p_1)/p_2]\}$ и Гумбеля $G(x) = \exp\{-\exp[-(x - p_1)/p_2]\}$, а также двух- и трехпараметрического распределений Вейбулла (7) для исследованных в работе партий порошков алмаза.

Таблица 1. Значение критерия Крамера-Мизеса T для распределения Гаусса (G_1), Гумбеля (G_2), а также двух- и трехпараметрического распределения Вейбулла (W_2 и W_3 соответственно)

Порошок	E	SD	E/SD	G_1	G_2	W_2	W_3	p_2	p_3
400/315 (сырье)	0,249	0,166	1,50	0,306	0,118	0,091	0,017	1,52	0,276
АС32 400/315	0,040	0,025	1,60	0,093	0,024	0,027	0,021	1,67	0,073
АС100 400/315	0,189	0,132	1,43	0,192	0,093	0,060	0,047	1,45	0,208
АС200 400/315	0,274	0,154	1,78	0,142	0,042	0,058	0,051	1,85	0,308
АС250 400/315	0,420	0,150	2,80	0,040	0,146	0,050	0,026	3,06	0,470
АС300 400/315	0,696	0,253	2,75	0,029	0,066	0,033	0,031	2,99	0,780
250/200 сырье	0,183	0,121	1,51	0,149	0,124	0,109	0,098	1,33	0,213
АС20 250/200	0,030	0,021	1, 39	0,143	0,057	0,031	0,020	1,44	0,033
АС125 250/200	0,182	0,106	1,72	0,053	0,050	0,038	0,038	1,77	0,205
АС200 250/200	0,273	0,088	3,10	0,064	0,054	0,067	0,053	3,41	0,304
АС6 125/100	0,0084	0,0052	1,61	0,058	0,022	0,019	0,018	1,68	0,009
АС20 125/100	0,020	0,012	1,70	0,089	0,027	0,033	0,025	1,77	0,023
АС50 125/100	0,048	0,030	1,63	0,142	0,054	0,067	0,022	1,80	0,051
АС80 125/100	0,071	0,029	2,44	0,024	0,019	0,018	0,016	2,79	0,078
АС20 80/63	0,015	0,009	1,78	0,029	0,016	0,015	0,014	1,89	0,017
АС50 80/63	0,027	0,014	1,93	0,126	0,058	0,089	0,032	2,23	0,028
АС6 50/40	0,0053	0,0045	1,17	0,198	0,096	0,063	0,039	1,34	0,005
АС20 50/40(о)	0,012	0,009	1,31	0,112	0,044	0,034	0,023	1,51	0,012
АЗК20 50/40(п)	0,0073	0,0053	1,38	0,152	0,067	0,051	0,034	1,47	0,008
АС32 50/40	0,011	0,009	1,22	0,227	0,131	0,055	0,049	1,09	0,012
АС65 50/40	0,015	0,009	1,61	0,060	0,113	0,088	0,063	2,18	0,017
АС20 45/38	0,008	0,006	1,31	0,097	0,040	0,031	0,029	1,33	0,008
АС20 38/30	0,011	0,007	1,57	0,087	0,051	0,041	0,040	1,57	0,012
АСМ 40/28	0,006	0,005	1,38	0,198	0,106	0,065	0,040	1,30	0,007

Из табл. 1 видно, что для всех без исключения партий порошка значение T минимально для трехпараметрического распределения Вейбулла W_3: следовательно, оно и является наилучшим приближением экспериментальных данных. При использовании W_2 погрешность несколько больше, однако она не превышает указанных выше критических значений для критерия Крамера-Мизеса. Распределение Гумбеля в качестве аппроксимации эмпирической функции распределения не столь успешно, в ряде случаев наблюдается превышение порогового значения T для $\beta = 0{,}20$. Что же касается распределения Гаусса, то в абсолютном большинстве случаев оно дает наибольшую погрешность и в более чем половине опытов – достаточную для того, чтобы отвергнуть гипотезу о нормальном распределении случайной величины.

Разумеется, было бы некорректным утверждать, что прочность отдельного зерна в точности следует распределению Вейбулла. Как центральные (типа Гаусса), так и экстремальные (Фреше, Гумбеля, Вейбулла и др.) законы распределения реализуются в чистом виде лишь в математических моделях при определенных условиях, накладываемых на случайную величину. На практике, как правило, эти условия выполняются лишь в определенном приближении, поэтому речь идет не о доказательстве того или иного закона распределения, а о выборе "ближайшего", в смысле критерия правдоподобия, параметрического распределения для аппроксимации экспериментальных данных. Как видно из табл. 1, W_2 и W_3 работают удовлетворительно во всем рассмотренном диапазоне зернистости и прочности. В то же время для распределения Гаусса погрешность, как правило, максимальна для "сырья" и уменьшается по мере повышения средней прочности марки порошка. Эта тенденция вполне объяснима: чем меньше разброс по прочности, тем меньше влияние ограничения на область изменения случайной величины и, следовательно, тем ближе ее распределение к нормальному закону [10]. Так, например, для порошка АС200 250/200 $p_1 = 0{,}27343$ и $p_2 = 0{,}12674$ в распределении Гаусса; $p_1 = 0$, $p_2 = 3{,}41051$ и $p_3 = 0{,}30472$ в распределении Вейбулла W_2. При указанных параметрах $\max\limits_x \left|\Phi(x) - W_2(x)\right| = 5{,}4 \cdot 10^{-3}$, т. е. сравниваемые распределения практически совпадают и, естественно, дают близкие значения T (0,064 и 0,067 соответственно).

Эта же тенденция отчетливо прослеживается на рис. 2, где представлены данные испытаний и их W_2 – аппроксимация для порошков различной зернистости. На рисунках отчетливо видна эволюция формы функции распределения: по мере увеличения средней прочности (фракции), она действительно становится подобной гауссовой функции ошибок. Второе наблюдение состоит в том, что теоретическая кривая одинаково хорошо аппроксимирует экспериментально полученные значения для всех значений зернистости и марки порошка (чтобы не загромождать рисунок, нанесена только половина точек из каждого набора данных). С учетом неизбежной погрешности измерений и ограниченности объема выборки (от 50 до 100 зерен на опыт), соответствие эксперимента и модели выглядит вполне удовлетворительным.

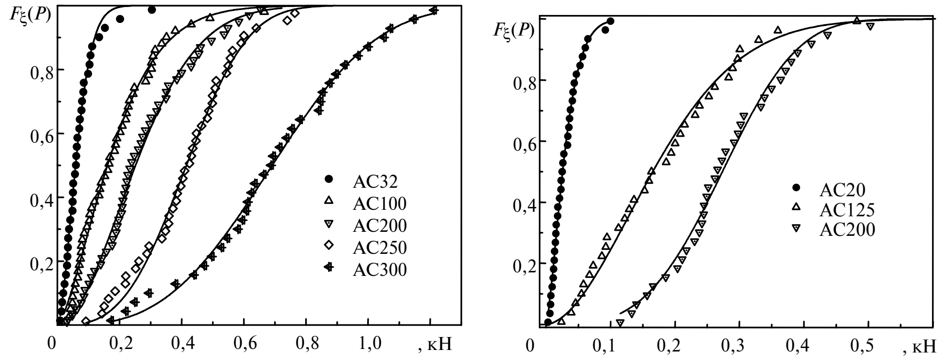

Рис. 2. Эмпирическая функция распределения прочности порошка (символы) и ее аппроксимация распределением Вейбулла (сплошная линия): 400/315 (*а*), 250/200 (*б*), 125/100 (*в*), 80/63 (*г*).

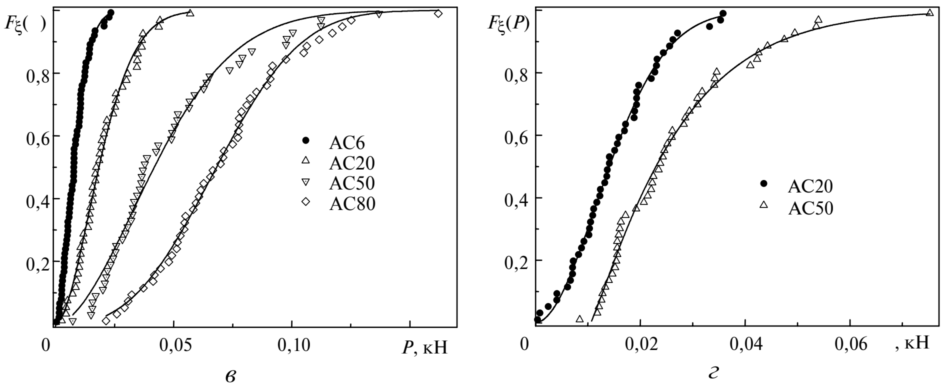

Рис. 2. (Продолжение).

Приведенные выше аргументы дают достаточное основание для выбора в качестве аппроксимации экспериментальных данных двухпараметрического распределения Вейбулла W_2 как разумного компромисса между универсальностью, точностью и простотой.

СВЯЗЬ ХАРАКТЕРИСТИК ПРОЧНОСТИ ПОРОШКА С ПАРАМЕТРАМИ ВЕЙБУЛЛА

В табл. 2 приведены рассчитанные согласно (1) значения средней прочности и дисперсии исследуемых проб (партий) порошка, а также значения параметров распределения Вейбулла p_2 и p_3. Анализ этих данных легко обнаруживает их корреляцию: так, p_3 близко к E, а p_2 – к E/D (рис. 3), что легко объяснимо с использованием выражений (8). Как следует из табл. 2, для всех рассмотренных порошков p_2 лежит в диапазоне $1 < p_2 < 3$, соответственно аргумент функции $\Gamma(1+1/p_2)$ лежит в пределах от 1,33 до 2. В указанном диапазоне значение гамма-функции изменяется мало и близко к единице, что объясняет первую из наблюдаемых зависимостей (см. рис. 3, *а*).

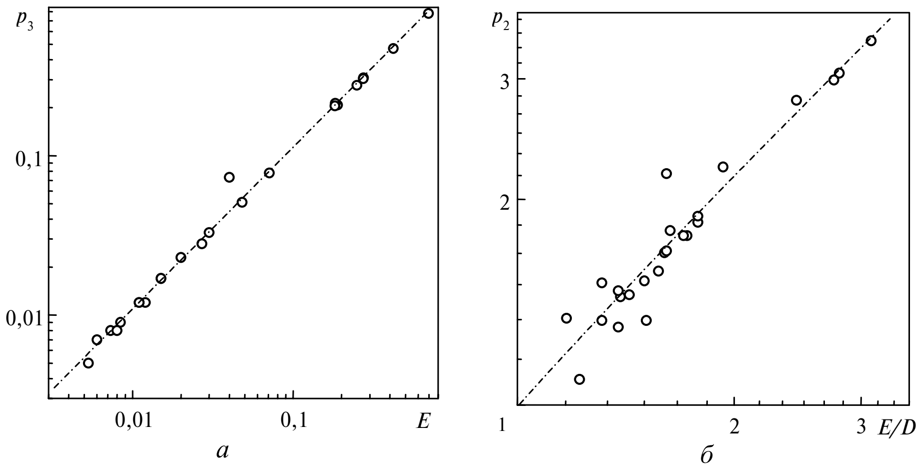

Рис. 3. Корреляция между параметрами распределения Вейбулла p_2 (*а*) и p_3 (*б*) и основными статистическими моментами.

В этом же диапазоне, как легко убедиться, $E/D = 1/\sqrt{\Gamma(1+2/p_2)/\Gamma(1+1/p_2)-1} \approx p_2$, что и наблюдается на рис. 3, *б*.

Анализ данных табл. 2 обнаруживает высокую чувствительность параметров Вейбулла к изменению свойств порошка. С учетом их тесной связи с основными статистическими параметрами, представляется возможным использовать их, наряду с математическим ожиданием и дисперсией, в качестве характеристик порошка.

Таблица 2. Значения основных статистик и параметров распределения Вейбулла

Порошок	*E*	*D*	*E*/*D*	p_2	p_3
400/315 сырье	0,249	0,166	1,50	1,52	0,276
АС32 400/315	0,040	0,025	1,60	1,67	0,073
АС100 400/315	0,189	0,132	1,43	1,45	0,208
АС200 400/315	0,274	0,154	1,78	1,85	0,308
АС250 400/315	0,420	0,150	2,80	3,06	0,470
АС300 400/315	0,696	0,253	2,75	2,99	0,780
250/200 сырье	0,183	0,121	1,51	1,33	0,213
АС20 250/200	0,030	0,021	1, 39	1,44	0,033
АС125 250/200	0,182	0,106	1,72	1,77	0,205
АС200 250/200	0,273	0,088	3,10	3,41	0,304
АС6 125/100	0,0084	0,0052	1,61	1,68	0,009
АС20 125/100	0,020	0,012	1,70	1,77	0,023
АС50 125/100	0,048	0,030	1,63	1,80	0,051
АС80 125/100	0,071	0,029	2,44	2,79	0,078
АС20 80/63	0,015	0,009	1,78	1,89	0,017
АС50 80/63	0,027	0,014	1,93	2,23	0,028
АС6 50/40	0,0053	0,0045	1,17	1,34	0,005
АС20 50/40 (овализированый)	0,012	0,009	1,31	1,51	0,012
АЗК20 50/40 (природный)	0,0073	0,0053	1,38	1,47	0,008
АС32 50/40	0,011	0,009	1,22	1,09	0,012
АС65 50/40	0,015	0,009	1,61	2,18	0,017
АС20 45/38	0,008	0,006	1,31	1,33	0,008
АС20 38/30	0,011	0,007	1,57	1,57	0,012
АСМ 40/28	0,006	0,005	1,38	1,30	0,007

На рис. 4 показан параметр распределения Вейбулла p_2 как функция средней прочности для порошков разных зернистостей. За исключением порошка марки АС32 400/315, имеет место рост параметра p_2 с увеличением прочности зерна.

Введенное в [3, 4] понятие однородности подразумевает долю порошка, попадающую в тот же диапазон прочности по ГОСТ, что и среднее значение. Чем выше эта доля, тем больше угол наклона эмпирической функции распределения в окрестности среднего и, естественно, “однороднее” порошок. В связи с этим уместно напомнить, что в технической литературе параметр p_2 (часто обозначаемый как m) называется модулем Вейбулла и используется как показатель однородности хрупких тел – чем он выше, тем меньше разброс прочности. Таким образом, p_2 также может рассматриваться как показатель однородности алмазного порошка. В отличие от однородности по [3, 4], параметр p_2 имеет ясный статистический смысл и способ оценки; более того, он совместно с p_3 обеспечивает полную характеристику порошка, включая доли зерен, попавших во все (а не только средний) прочностные диапазоны. Поэтому этот параметр не только можно, но и необходимо использовать для оценки качества (в смысле сужения разброса по прочности) рассева порошка, деления его на марки, пересмотра ГОСТа и т. д.

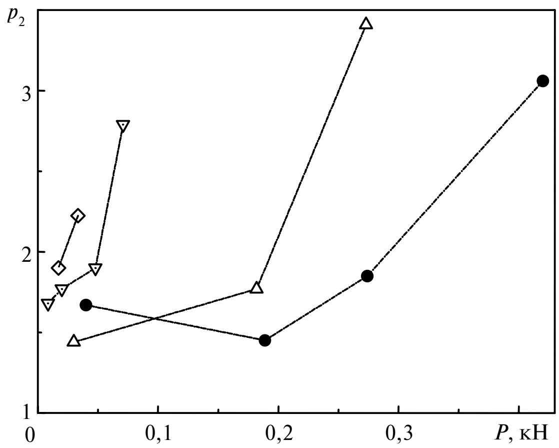

Рис. 4. Параметр распределения Вейбулла p_2 как функция среднего значения показателя прочности P: 400/315 (●), 250/200 (Δ), 125/100 (∇), 80/63 (◊).

СХОДИМОСТЬ СРЕДНЕГО И ОЦЕНКА НЕОБХОДИМОГО ОБЪЕМА ВЫБОРКИ

Статистический анализ начинается, как правило, с решения вопроса о необходимом минимальном объеме выборки. Количество испытаний, рекомендованное для надежного определения средней прочности алмазного порошка составляет, по различным источникам, от 50 [1] до 400–500 [7, 8]. Увеличение количества опытов приводит к уточнению статистических параметров, однако при этом увеличивается время, износ оборудования, комплектующих и, как следствие, стоимость исследования. В связи с этим возникает вопрос о минимально необходимом для классификации порошка размере выборки. Очевидно, что этот вопрос нельзя решить однозначно для всей гаммы зернистостей, марок прочности и других, не учитываемых нормативными документами особенностей конкретной партии алмазного порошка. Более того, количество испытаний может оказаться различным для порошков одной зернистости – и даже одной марки, в случае существенного различия дисперсии прочности.

Поэтому представляется предпочтительным, вместо поиска некоторого фиксированного значения размера выборки, поиск некоторого правила или алгоритма, согласно которому достаточность выборки определялась бы в каждом конкретном случае, желательно непосредственно в ходе испытаний. По существу, речь идет о статистическом мониторинге данных по мере их получения и разработке критерия достаточности выборки для принятия решения о завершении испытаний. Такого рода подходы изложены в литературе по теории вероятностей (например, [9]), они основаны на анализе характера сходимости тех или иных величин с увеличением числа опытов и известны как теория доверительных вероятностей Фишера и теория доверительных интервалов Неймана.

Сформулируем следующее простое правило для определения момента прекращения серии испытаний. Поскольку искомым ответом является принадлежность исследуемой марки порошка к тому или иному диапазону (его границы P_i определены ГОСТом), то размер последнего и определяет необходимую точность определения среднего. Поэтому с момента, когда эмпирическое среднее $\hat{E}$ принадлежит диапазону $[P_i, P_{i+1}]$, а ширина доверительного интервала $2\hat{S}$ не превышает $P_{i+1} - P_i$, дальнейшие испытания с большой долей вероятности уже не приводят к уточнению результата и могут быть прекращены. В терминах математической статистики задача состоит в определении минимального размера выборки N, для которого выполняется условие

$$\Pr\left\{\left|\hat{E}(N) - E^*\right| \le \varepsilon(P_i)\right\} \ge 1 - \beta, \qquad (11)$$

где $\hat{E}(N)$ – текущее значение среднего, ε – доверительный интервал, β – доверительный уровень. Практический алгоритм состоит в проверке условия $\left|\hat{E}(N) - E^*\right| \le \varepsilon(P_i)$, начиная с некоторого $N = N_0$, при этом используются значения

$$\varepsilon(P_i) = (P_{i+1} - P_i)/2, \quad \left|\hat{E}(N) - E^*\right| \approx \hat{S}(N), \quad \beta = 0{,}05, \quad N_0 = 10. \qquad (12)$$

В идеале, подходящее значение ε должно определяться конкретными условиями (областью) применения порошка.

Ниже приведен простой пример, демонстрирующий идею предлагаемого способа оценки размера выборки. Так, данные на рис. 5 демонстрируют сходимость среднего значения прочности с увеличением количества испытанных зерен (объема выборки). Как видно, характер сходимости $\hat{E}$ к предельному значению один и тот же во всех сравниваемых случаях, отличие состоит лишь в его абсолютной величине (средней прочности порошка). Характерно, что во всех рассмотренных случаях объем выборки N не превышает 45 (что на порядок ниже значений, рекомендуемых, например, в [7, 8]. При этом значение N монотонно снижается по мере повышения прочности и для порошка АС250 равно 20.

Полезная модификация изложенного алгоритма состоит в переходе к безразмерным параметрам, где наблюдаемая величина имеет вид $\widetilde{S} = \hat{S}(N)/\hat{E}(N)$, а в качестве доверительного интервала принята относительная полуширина интервала прочности по ДСТУ [1] $\widetilde{\varepsilon} = (P_{i+1} - P_i)/(P_{i+1} + P_i)$. Ниже приведены некоторые результаты для порошка зернистостью 250/200. На рис. 6 показана зависимость $\widetilde{S}$ от N для трех марок порошка: АС20, АС125 и АС200, в заштрихованной области $\widetilde{S} \le \widetilde{\varepsilon} = 0{,}09$ – для АС200. Вертикальные штрих-пунктирные линии обозначают момент прекращения испытаний (три контрольных испытания после вхождения в заштрихованную область), соответствующие им области на рисунках 6, *б–г* также показаны штриховкой. Наблюдаемая тенденция вполне ясна: чем выше прочность (марка) порошка, тем меньше испытаний необходимо при заданном доверительном интервале (15, 45 и 67 соответственно). Относительная ширина интервала прочности ГОСТ не является постоянной величиной: $\tilde{\varepsilon} = 0{,}12$ для АС125 и $\tilde{\varepsilon} = 0{,}27$ для АС20. Это соответственно снижает необходимое количество испытаний: как видно из рис. 7 в обоих случаях оно не превышает 30, что почти вдвое ниже значения, указанного в стандартной методике ГОСТ. Установленная возможность уменьшения количества испытаний позволяет существенно сократить время и, уменьшить износ наковален и тем самым снизить стоимость исследования.

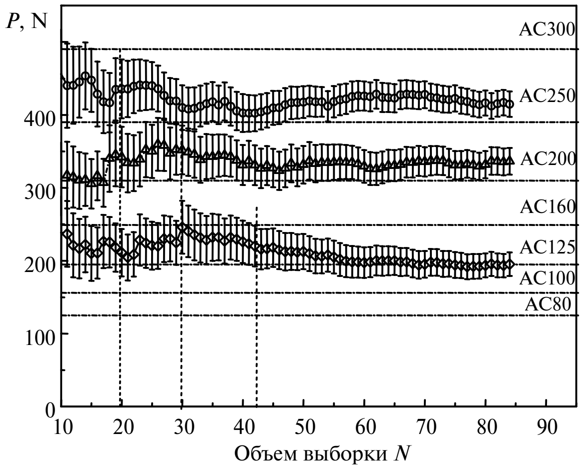

Рис. 5. Сходимость среднего значения показателя прочности P порошков зернистости 400/315 марок АС100, АС200 и АС250 с увеличением объема выборки N: текущее среднее значение $\hat{E}$ для АС250 (○), АС200 (Δ) и АС100 (◊); вертикальные линии – доверительный интервал $[\hat{E} - \hat{S}, \hat{E} + \hat{S}]$; горизонтальные штрих-пунктирные линии – границы марок прочности по ДСТУ [1]; вертикальные штриховые линии указывают число зерен, достаточное для прекращения испытания.

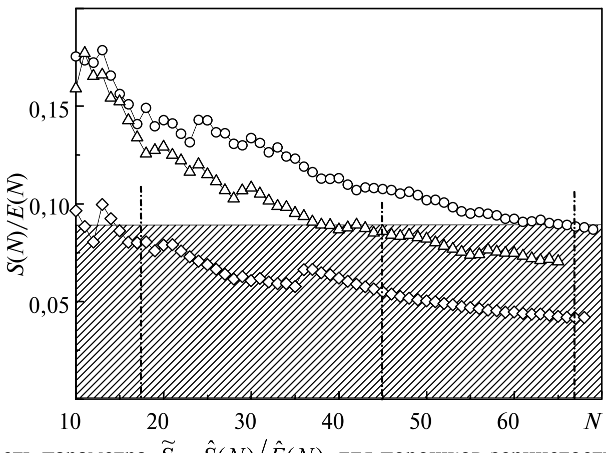

Рис. 6. Сходимость параметра $\tilde{S} = \hat{S}(N)/\hat{E}(N)$ для порошков зернистости 250/200 марок АС20 (○), АС125 (Δ) и АС200 (◊) с увеличением объема выборки N.

Представляется перспективным применение развитого подхода к анализу других характеристик порошка СТМ (распределения зерен по форме, магнитным свойствам и т. д.), которые также описываются асимптотическими статистическими распределениями.

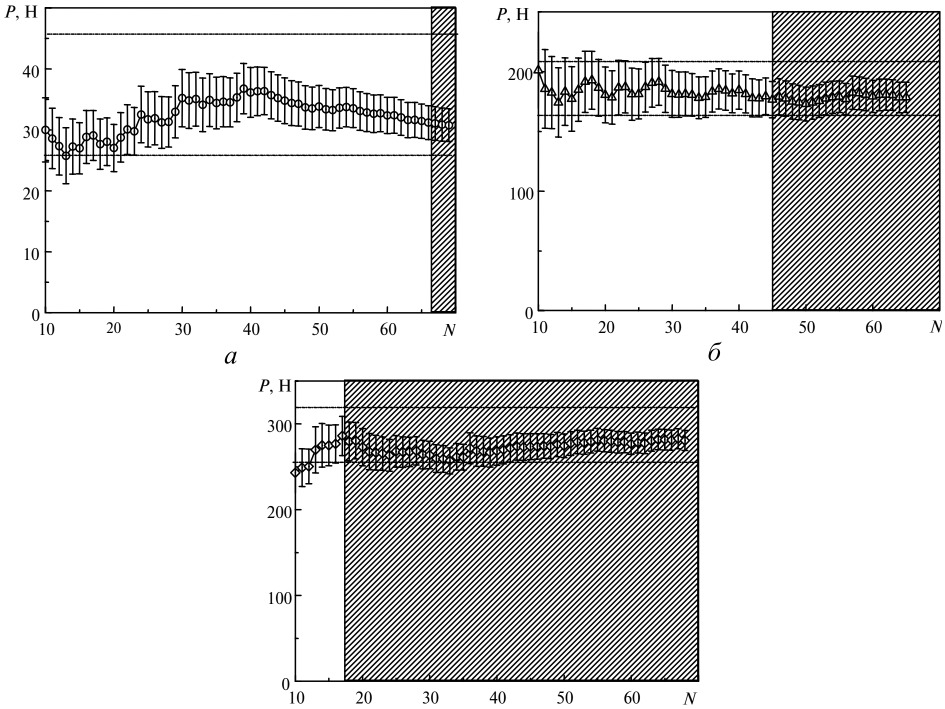

Рис. 7. Сходимость среднего значения показателя прочности P порошков 250/200 марок АС20 (*а*), АС125 (*б*) и АС200 (*в*) с увеличением объема выборки N; вертикальные линии – стандартная ошибка определения среднего $S[\xi] = D[\xi]/\sqrt{N}$.

ВЫВОДЫ

Предложенный новый подход к оценке прочности порошков хрупких материалов основан на статистической теории экстремальных значений и обеспечивает надежное прогнозирование прочностных свойств порошка по малой выборке.

Прочность зерен алмазного порошка в широком диапазоне зернистостей и марок удовлетворительно аппроксимируется распределением Вейбулла, параметры которого могут быть использованы в качестве стандартных характеристик прочности порошка.

Сформулированный критерий достаточности объема выборки для оценки средней прочности зерен на сжатие обеспечивает существенное сокращение числа и времени испытаний, уменьшение износа наковален и тем самым снижение стоимости исследований.

Изложенные результаты являются теоретической основой для усовершенствования существующих и разработки новых методик контроля качества порошков СТМ, а разработанные на базе критерия достаточности размера выборки расчетные алгоритмы статистического мониторинга целесообразно включить в управляющее программное обеспечение прибора DDA-33.

Запропоновано новий підхід до оцінки міцності алмазного порошку, що грунтується на статистичній теорії екстремальних значень і забезпечує прогнозування міцнісних властивостей по малій вибірці. Проведено порівняльний статистичний аналіз ряду партій порошку. Показано, що міцність зерен порошку в усьому дослідженому діапазоні зернистостей і марок задовільно апроксимується розподілом Вейбулла, досліджено зв'язок параметрів Вейбулла з середньою міцністю. Досліджено збіжність емпіричних статистик, сформульований критерій достатності обсягу вибірки для оцінки середньої *міцності алмазних зерен на стиск. Встановлено можливість зменшення кількості випробувань, що дозволяє істотно скоротити час, зменшити знос ковадл і тим самим знизити вартість дослідження. Викладені результати є теоретичною основою для удосконалення існуючих і розробки нових методик контролю якості порошків НТМ.*

***Ключові слова**: порошки НТМ, оцінка міцності, статистична теорія, розподіл Вейбулла, контроль якості.*

A new approach has been proposed to assessing the strength of diamond powder. The approach is based on the statistical theory of extreme values and provides the strength properties prediction from a small sample. A comparative statistical analysis of several samples of the powder has been performed. It is shown that the strength of the grains of powder over the whole range of considered grits and grades is satisfactorily approximated by a Weibull distribution rule. The correlations between the Weibull parameters and the mean strength was studied. The convergence of empirical statistics is investigated and the sample size sufficiency criterion for estimating the average compressive strength of diamond grains has been formulated. The opportunity is found of reducing the number of tests that can significantly shorten the time, minimize wear on the anvils and thereby make the study cheaper. These results provide the theoretical basis for improving the existing methods of quality monitoring of SHM powders and developing the new ones.

***Keywords**: SHM powders, strength assessment, statistical theory, Weibull distribution, quality monitoring.*

1. *ДСТУ 3292–95*. Порошки алмазні синтетичні. Загальні технічні умови. – Київ: Держстандарт України, 1995. – 71 с.
2. *Новиков Н. В., Никитин Ю. И., Петасюк Г. А.* Однородность шлифпорошков синтетических алмазов и критерии ее количественной оценки // Сверхтв. материалы. – 1999. – № 5. – С. 65–74.
3. *Новиков Н. В., Невструев Г. Ф., Ильницкая Г. Д. и др.* Оценка качества порошков сверхтвердых материалов. Часть 1. Теоретические основы метода оценки характеристик качества // Там же. – 2006. – № 5. – С. 74–83.
4. *Новиков Н. В., Невструев Г. Ф., Ильницкая Г. Д. и др.* Оценка качества порошков сверхтвердых материалов. Часть 2. Практическое применение нового метода оценки характеристик качества // Там же. – 2006. – № 6. – С. 58–67.
5. *Лошак М. Г., Шульженко А. А., Александрова Л. И. и др.* Влияние свойств микропорошков алмаза на прочность и долговечность изготовленных на их основе поликристаллических сверхтвердых материалов // Породоразрушающий и металлобрабатывающий инструмент – техника и технология его изготовления и применения: Сб. науч. тр. – Вып. 11. – Киев: ИСМ им. В. Н. Бакуля НАН Украины, 2008. – С. 218–226.
6. *Чернієнко О. І., Бочечка О. О., Лошак М. Г. та ін.* Міцність алмазних порошків, синтезованих в системі Mg–Zn–B–C // Сверхтв. материалы. – 2012. – № 2. – С. 29–37.
7. *Gallagher J., Scanlon P., Nailer S. G.* Characterisation techniques for the study of high-strength, coarse diamond // Ind. Diamond Rev. – 2006. – N 3. – P. 58–65.
8. *Nailer S., Tuffy K., Gallagher J., Leahy W.* The characteristics of natural and synthetic diamond abrasive grits // Ibid. – 2007. – N 2. – P. 35–41.
9. *Крамер Г.* Математические методы статистики. – М.: Мир, 1975. – 648 с.
10. *Gumbel E. J.* Statistics of Extremes. – New York: Columbia University Press, 1958. – 375 p.
11. *Beirlant J., Goegebeur Y., Segers J., Teugels J.* Statistics of extremes. Theory and applications. – Chichester: Wiley, 2004. – 522 p.
12. *Болотин В. В.* Прогнозирование ресурса машин и конструкций. – М.: Машиностроение, 1984. – 312 с.
13. *Гнеденко Б. В.* Предельные законы для сумм независимых случайных величин // Успехи математических наук. – 1944. – № 10. – С. 115–165.
14. *Абрамовиц М., Стиган И.* Справочник по специальным функциям. – М.: Наука, 1979. – 832 с.
15. *Anderson T. W., Darling D. A.* Asymptotic theory of certain “goodnes of fit” criteria based on stochastic processes // Annals Math. Stat. – 1952. – **23**, N 2 – P. 193–212.
16. *Anderson T. W.* On the distribution of the two-sample Cramer-von Mises criterion // Ibid. – 1962. – **33**, N 3 – P. 1148–1159.

Ин-т сверхтвердых материалов
им. В. Н. Бакуля НАН Украины

Поступила 12.07.13