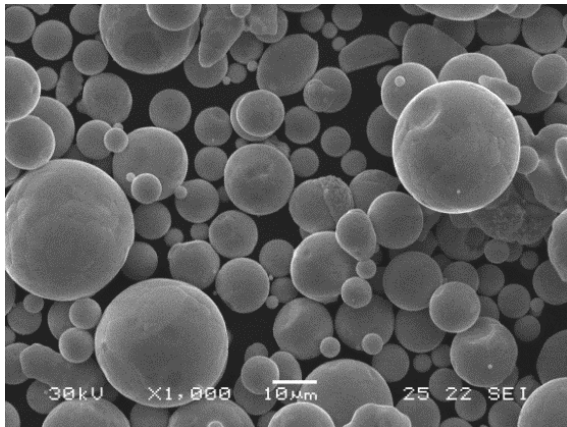




# **ABSOLITE- Kevennetyt häiveratkaisut RF-taajuusalueella**

**MATINE Vuosiseminaari 18.11.2015**

**Pertti Lintunen, Arto Hujanen VTT**



# ABSOLITE projektin perustiedot

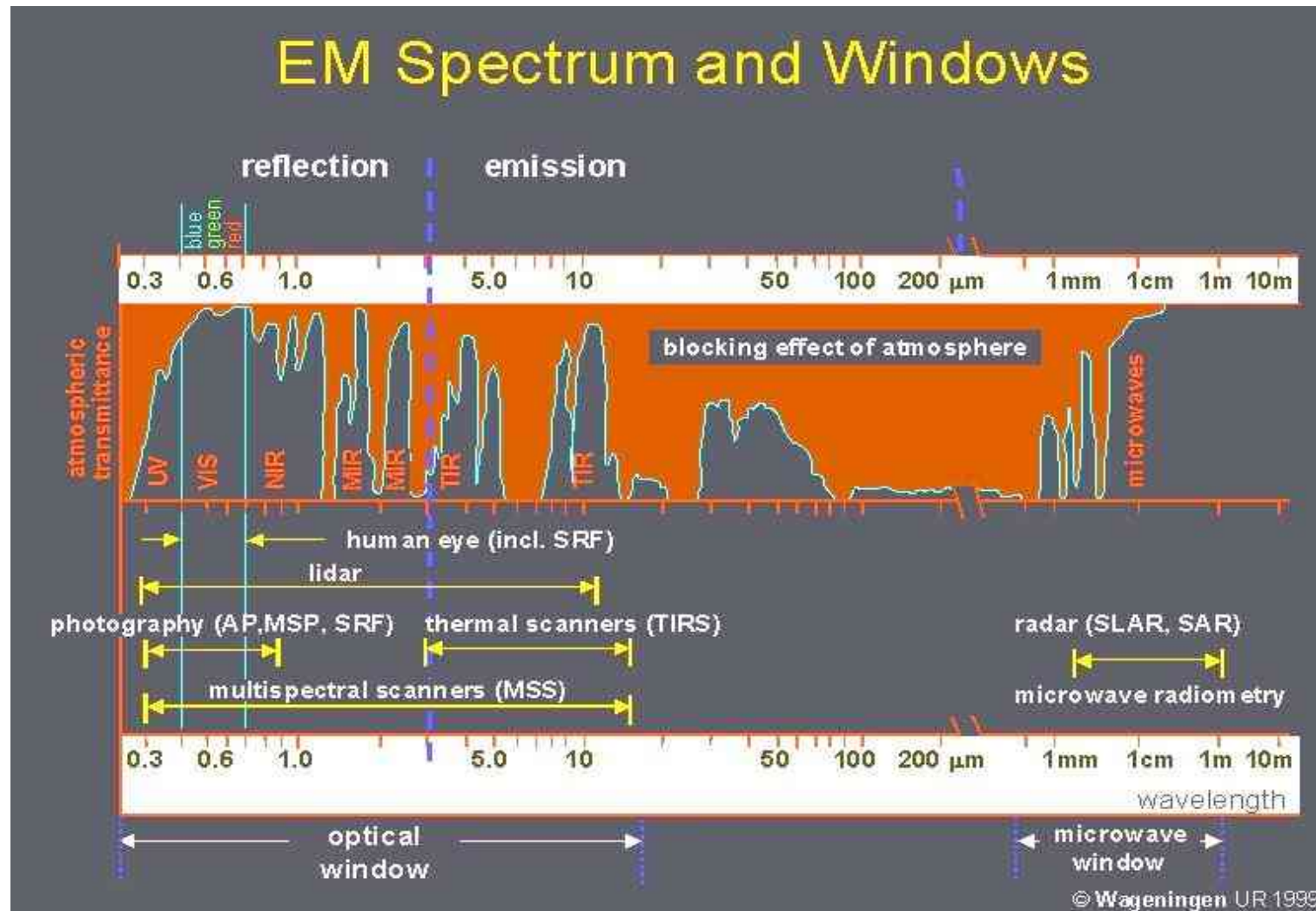
- Kevennetyt häiveratkaisut RF- taajuusalueella- ABSOLITE
- Tutkimussopimuksen projektikoodi 2500M-0030
- MATINEn jaosto: Materiaalit ja tuotantotekniikka (MAT)
- Projektin ohjausryhmä:
  - Irmeli Tuukkanen ja Jouko Haapamaa, PVTUTKL,
  - Pertti Lintunen, Arto Hujanen, Tomi Lindroos, VTT
- Projektin suunniteltu alun alkaen 2 vuotiseksi, vuodelle 2015 myönnetty rahoitus oli 51200 €, VTTn omarahoitusosuus oli 14200 €, **yht. 65400 €**

# Häivetekniikka- taustaa

- Sähkömagneettisen spektrin käyttö ja samalla riippuvuus sen häiriöttömästä toiminnasta on lisääntynyt viime aikoina sodankäynnissä.
- Häivetekniikalla on keskeinen rooli nykyaikaisessa puolustustoiminnassa: sillä pyritään kätkemään haluttu kohde taustaansa, jotta kohde ei olisi havaittavissa sitä etsivillä sensorijärjestelmillä.
- Elektronisen suojauksen lisäksi voidaan sähkömagneettisen säteilyn synnyttämiä herätteitä hallita materiaaliteknologian avulla

*”Vaikeasti havaittavat materiaalit ovat materiaaleja, jotka sovellettuna suojattaviin kohteisiin vähentävät niiden herätettä ja lisäävät siten alustansa mahdollisuuksia välttyä havaituksi tulemiselta ja seurannalta, mikä lisää hengissä selviämisen todennäköisyyttä. Tällaisia materiaaleja ovat erilaiset komposiitit, keraamit, elastomeerit ja maalit sekä pinnoitteet.”* **Jyri Kosola: ”Teknologisen kehityksen vaikutuksia sodankäyntiin 2015-2025”**

# Häivetekniikka- sähkömagneettisen säteilyn spektri



# ABSOLUTE tutkimuksen tavoite

## *Tutkimussuunnitelman mukaiset tavoitteet:*

- Tutkia ja kehittää kevennettyjä hybridimateriaalikoostumuksia, joiden vaimennuskyky määritetään RF taajuusalueella
- Tutkia onttojen mikropallojen pinnoitusmahdollisuudet halutun tehoaineen saamiseksi mikropallon pintaan.
- Kehittää näytekappaleiden mittaustulosten perusteella onttojen tehoainepartikkelien koostumusta ja komposiittimateriaalin rakennetta (vuosi 2016)
- Mittavissa oleva tavoite on keventää häiveratkaisua vähintään 50% verrattuna hartsi-Fe-EW komposiittiin, jonka tiheys on  $2.58 \text{ g/cm}^3$  ja vaadittava neliöpaino  $7.1 \text{ kg/m}^2$

## Tehoaineiden valinta ja onttojen mikropallojen pinnoitus tehoaineella

- Projektin aluksi valittiin potentiaaliset tehoaineet, joiden pinnoitettavuus valittujen onttojen mikropallojen pintaan selvitetään.
- Oleellisena osana tässä toteutusvaiheessa oli pinnoituskokeiden suoritus ja pinnoitettujen mikropallojen rakenteen karakterisointi. Karakterisoinnissa selvitettiin pinnoitteen rakenne, paksuus, mikropallojen sähkönjohtavuus, tiheys.

## Komposiittimateriaalien ja mittauskappaleiden valmistus

- Lähdettiin liikkeelle hartsi- täyteaine komposiiteilla. Valittiin tunnettu, yleisesti käytössä oleva laatu
- Tässä vaiheessa keskityttiin homogeenisen mikrorakenteen aikaansaamiseksi komposiittimateriaaliin: pinnoitettujen onttojen mikropallojen dispergoituvuus matriisimateriaaliin, tehoainepartikkelien seostusmäärien raja-arvojen etsiminen. Valmistettujen komposiittimateriaalien tiheydet ja neliöpainot määritettiin.

## Ominaisuuksien mittaaminen ja rakenteiden kehittäminen

- Mikroaaltosäteilyn vaimennusominaisuudet mitattiin VTT:llä. Olemassa olevaa ja projektissa syntyvää tietoa hyödynnettiin laskennassa, jolloin näytekappaleiden määrää voidaan pienentää ja välttää turhaa työtä.
- Laskennan tuloksista saatiin palautetta tehoaineiden modifiointia varten sekä optimaalisen tehoainemäärän valitsemiseksi komposiitin valmistusta varten.



# ABSOLUTE kirjallista taustaa

- Conductive and magnetic microspheres are fabricated by plating of Co–Fe alloy thin films on hollow ceramic microspheres of low density for the application to lightweight microwave absorbers.

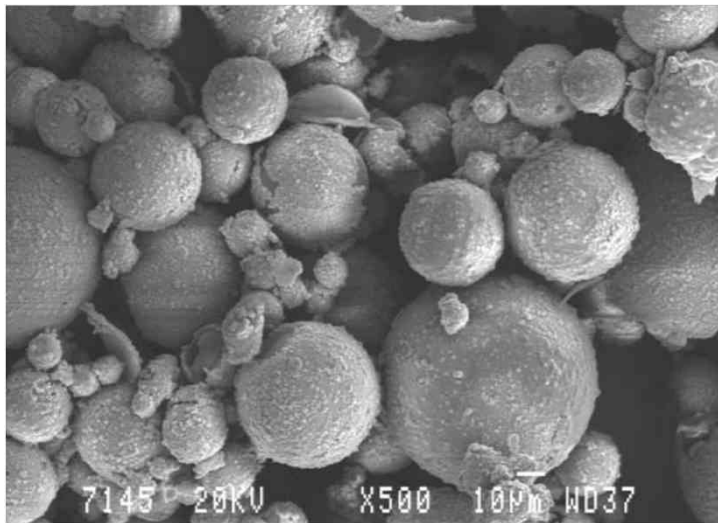
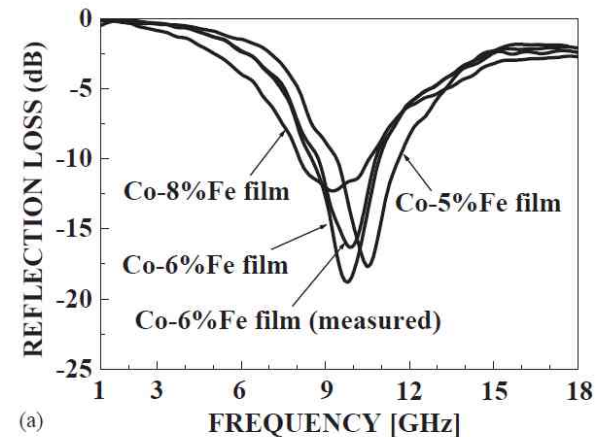


Fig. 2. SEM morphology of Co-coated microspheres.

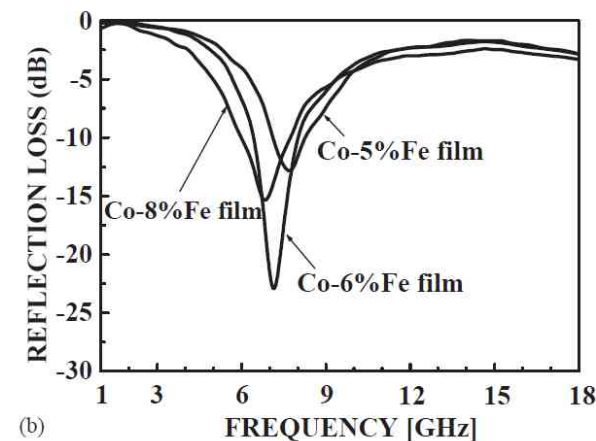
TABLE I

THE INCREASE OF MASS AND THICKNESS OF CO FILMS ON HOLLOW MICROSPHERES WITH INCREASED NUMBER OF PLATING BATCHES

	Micro-spheres	Single plating	Double plating	Triple plating
Weight (g)	1.0	2.35	3.49	4.54
Density (g/cc)	0.2	0.46	0.66	0.84
Thickness ( $\mu\text{m}$ )	-	1	2	3



(a)



(b)

Fig. 8. Reflection loss determined in the rubber composites containing the microspheres coated with Co–Fe thin films: (a)  $d = 1.5\text{ mm}$  and (b)  $d = 2\text{ mm}$ .

Sung-Soo Kim, Seo-Tae Kim, Joon-Mo Ahn, Keun-Hong Kim, Magnetic and microwave absorbing properties of Co-Fe thin films plated on hollow ceramic microspheres of low density, *Journal of Magnetism and Magnetic Materials* 271 (2004) 39-45.

# ABSOLUTE ontot mikropallot

*Esimerkki saatavilla olevasta tuoteryhmästä:*

Properties	SPHERICEL <sup>®</sup> Product Grades				
	110P8	60P18	45P25	34P30	25P45
Density <sup>2</sup> , g/cc	1.10 ± 0.05	0.60 ± 0.05	0.45 ± 0.05	0.34 ± 0.05	0.25 ± 0.02
Bulk Density <sup>3</sup> , g/cc	0.49	0.32	0.26	0.22	0.14
Maximum Working Pressure, psi	10,000	8,000	4,000	3,000	750
Size Distribution <sup>4</sup> (µm)					
10%	5	9	12	20	24
50%	10	19	21	38	46
90%	21	33	34	60	72
97%	25	36	38	68	81

2. Density is measured by gas displacement pycnometer (ASTM D2840).

3. Bulk Density is the weight as measured in a container (graduated cylinder, to simulate a bin, silo, or carton) and includes the interstitial air.

4. Data represents percent volume distribution measured using laser light scatter technique.

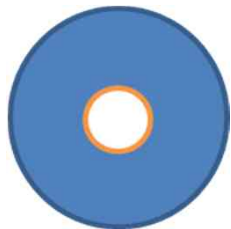


# ABSOLUTE mikropallojen pinnoituskokeet

- Valittiin kokoluokaltaan noin 20-40  $\mu\text{m}$  ontot lasipallot (45P25 laatu) ensimmäisiin pinnoituskokeisiin
- Kirjallisuustietoihin pohjautuen tavoiteltiin koostumusta Co-6%Fe
- Lähdettiin liikkeelle metallisuoloista  $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$  ja  $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ , jotka pelkistettiin metallisiksi liuoskäsittelyn avulla (electroless plating)
- Pinnoituskokeen jälkeen suoritettiin mikropallojen karakterisointi mm. SEM, XRD, kokojakauma (laserdiffraktometri), sähkönjohtavuus.
- Onnistuneen pinnoitekerroksen toteaminen oli edellytys ennen seuraavan vaiheeseen siirtymistä

# ABSOLITE komposiittimateriaalin valmistus

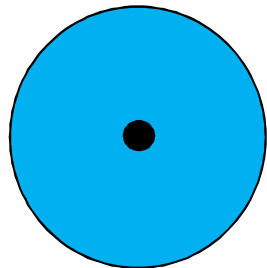
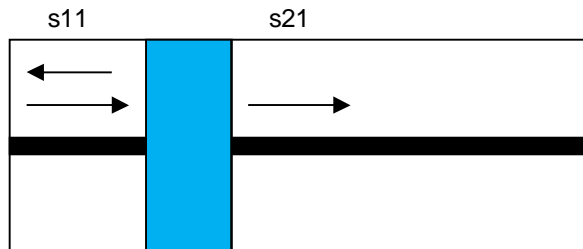
- Lähdettiin liikkeelle hartsi- täyteaine komposiiteilla. Valittiin tunnettu, yleisesti käytössä oleva laatu.
- Hartsimäärät 50-200 g sekoituksen kannalta suhteellisen helppo toteuttaa olemassa olevalla laitekannalla, pienemmät erät voitiin tehdä käsisekoituksella.
- Valmistettavuuden kannalta tehoaineen partikkelikoko ja keveys tuovat haasteita: mitä pienempi ja kevyempi partikkeli sitä haasteellisempaa on dispergoida haluttu määrä matriisiin
- Kun saavutettiin riittävä taso komposiittimateriaalin homogeenisuudelle valmistettiin rengasmaiset kappaleet mittauksiin:



Frequency range	Outer diameter / mm	Tolerance	Inner diameter / mm	Tolerance
0.1-18 GHz	7.00	+0.0/-0.05 mm	3.04	+0.05/-0.0 mm

# ABSOLUTE absorptiomittaukset

- Mittauksissa käytettiin koaksiaalista näytteenpidintä



Sample inside coaxial line



Frequency range	Outer diameter / mm	Tolerance	Inner diameter / mm	Tolerance
0.1-18 GHz	7.00	+0.0/-0.05 mm	3.04	+0.05/-0.0 mm

- Mittausten ja laskennan tuloksista saatiin palautetta tehoaineiden modifiointia varten sekä optimaalisen tehoainemäärän valitsemiseksi komposiitin valmistusta varten**

# ABSOLUTE mikropallojen pinnoituskokeet

## Mikropallojen pinnoituskokeet, koe I

- Kirjallisuusviitteen mukaisen pinnoituksen toteutus haastavaa: pinnoitusprosessi herkkä mm. esikäsittely raaka-aineiden puhtausasteesta, sekoitustehokkuudesta, lämpötilasta.
- I kokeessa astian pinnoitus onnistui hyvin, mutta mikropallot jäivät ilman pinnoitetta
- Jatkokokeet olivat onnistuneempia

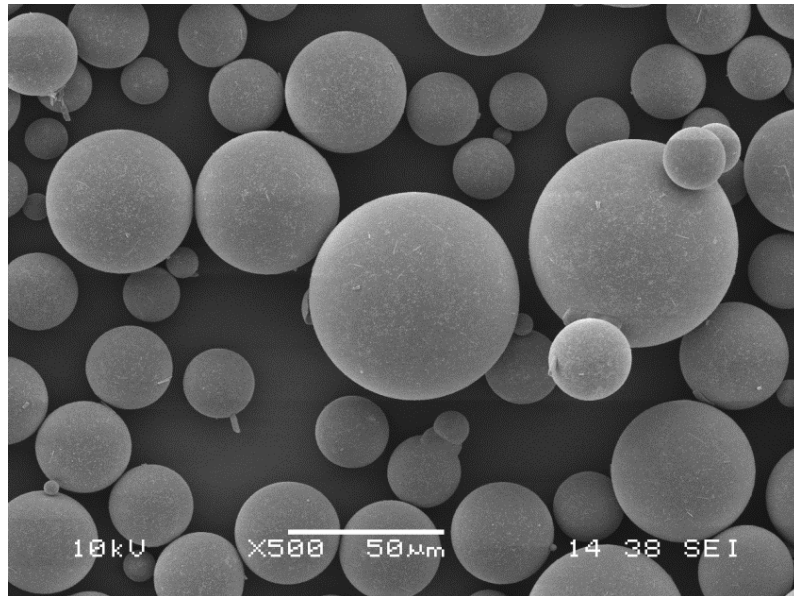
Astian pintaan syntynyt  
pinnoitekerros



# ABSOLITE pinnoitettujen mikropallojen karakterisointi

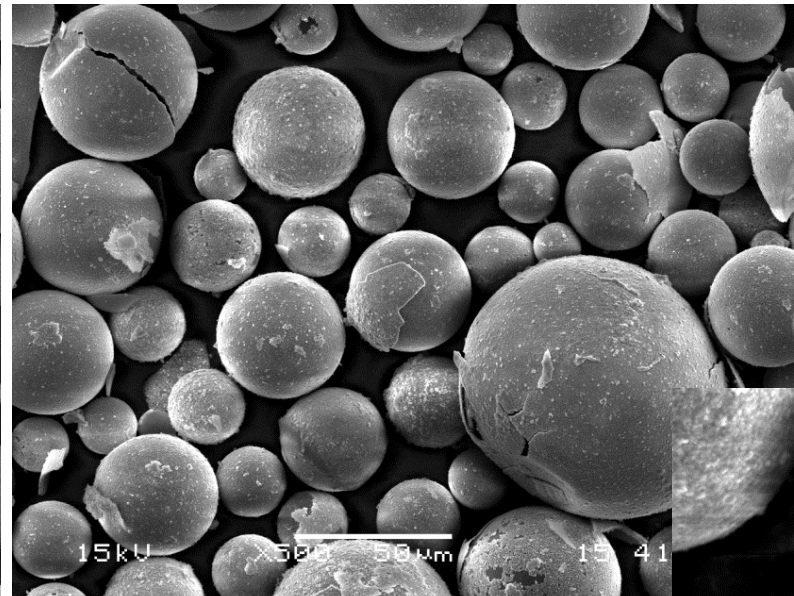
## Mikropallojen pinnoituskoe III

- SEM- kuvat



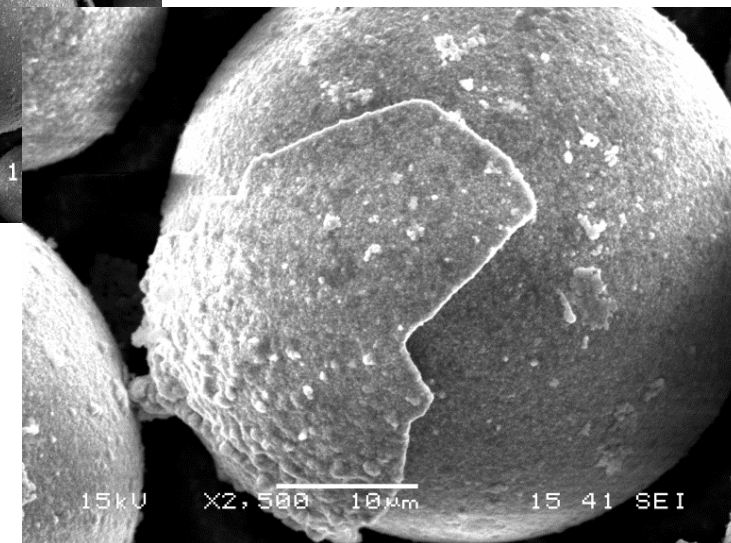
Lasipallot ennen pinnoitusta

***Tiheys 0.45 g/cm<sup>3</sup>***



Pinnoitetut lasipallot

***Tiheys ~0.90 g/cm<sup>3</sup>***



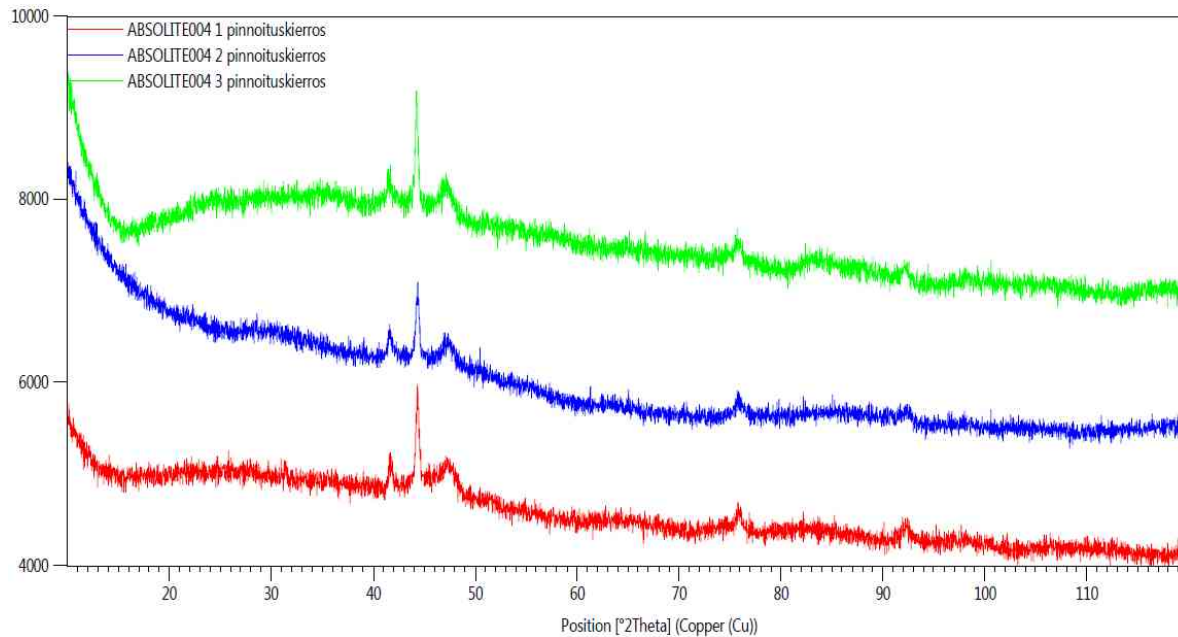
Quantitative Results

Elt	XRay	Int	Error	K	Kratio	W%	A%
O	Ka	3.7	3.1564	0.1237	0.0908	20.69	43.00
Na	Ka	0.6	3.1564	0.0128	0.0094	5.07	7.33
Al	Ka	0.3	0.7320	0.0050	0.0037	0.95	1.17
Si	Ka	4.8	0.7320	0.0787	0.0577	10.96	12.98
Ca	Ka	0.6	0.5331	0.0143	0.0105	1.09	0.90
Fe	Ka	0.6	0.8306	0.0302	0.0222	2.30	1.37
Co	Ka	12.7	0.8306	0.7353	0.5397	58.94	33.25
				1.0000	0.7340	100.00	100.00



# ABSOLITE pinnoitekerroksen paksuuden kasvatus

## Karakterisointi XRD ja EDS



- Pinnoitekerroksen kiderakenne ja Co/Fe-suhde pysyy ~ vakiona
- EDS- analyysien pohjalta lasketut pinnoitteen koostumukset:
  - 1. pinnoituskyklin jälkeen Co- 5.7 Fe
  - 2. pinnoituskyklin jälkeen Co- 6.0 Fe
  - 3. pinnoituskyklin jälkeen Co- 6.3 Fe

### 1. pinnoitus

Elt	XRay	Int	Error	K	Kratio	W%	A%
O	Ka	46.8	24.4324	0.0573	0.0479	10.82	27.76
Na	Ka	6.2	24.4324	0.0049	0.0041	2.43	4.33
Al	Ka	7.5	12.6222	0.0046	0.0039	1.05	1.59
Si	Ka	79.0	12.6222	0.0481	0.0403	7.94	11.62
Ca	Ka	13.3	0.3917	0.0120	0.0101	1.01	1.04
Fe	Ka	28.7	0.8340	0.0524	0.0438	4.37	3.22
Co	Ka	385.3	0.8340	0.8206	0.6862	72.38	50.44
				1.0000	0.8363	100.00	100.00

### 2. pinnoitus

Elt	XRay	Int	Error	K	Kratio	W%	A%
O	Ka	22.9	23.0309	0.0272	0.0250	5.19	15.76
Na	Ka	4.6	23.0309	0.0035	0.0032	2.07	4.36
Al	Ka	6.1	10.1798	0.0037	0.0034	0.96	1.74
Si	Ka	21.2	10.1798	0.0125	0.0115	2.37	4.10
Ca	Ka	3.1	0.3032	0.0027	0.0025	0.25	0.30
Fe	Ka	34.1	0.6870	0.0605	0.0555	5.37	4.67
Co	Ka	431.1	0.6870	0.8899	0.8171	83.80	69.08
				1.0000	0.9182	100.00	100.00

### 3. pinnoitus

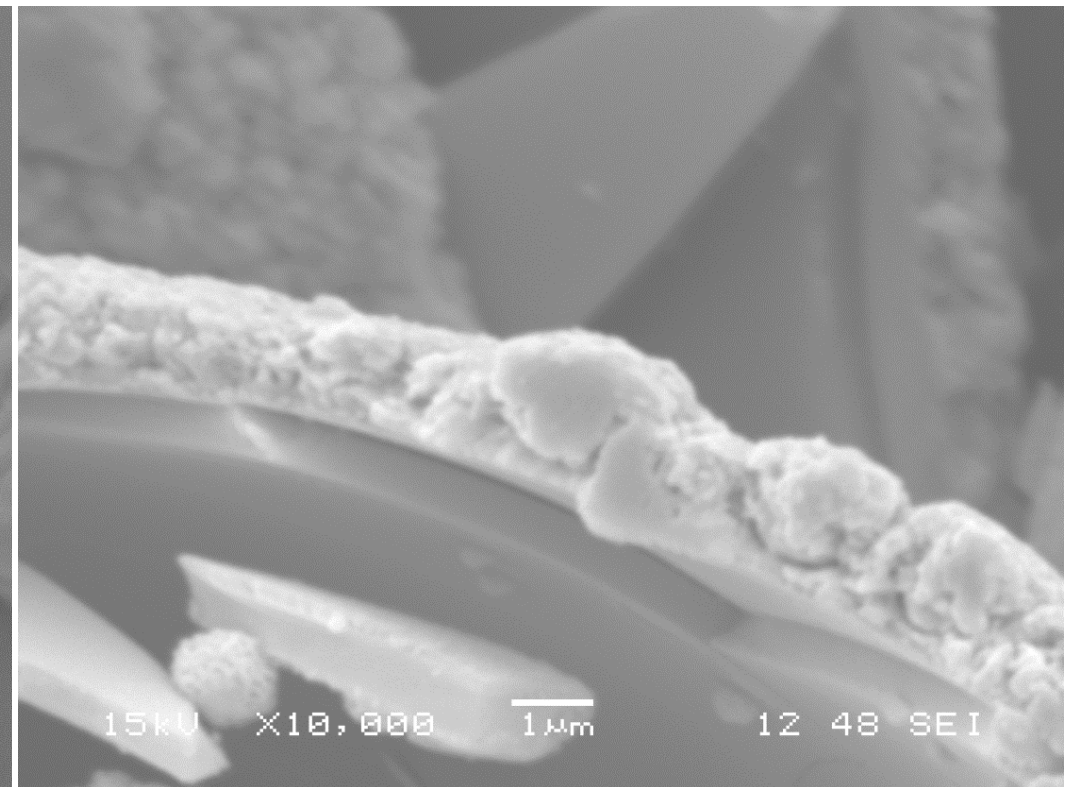
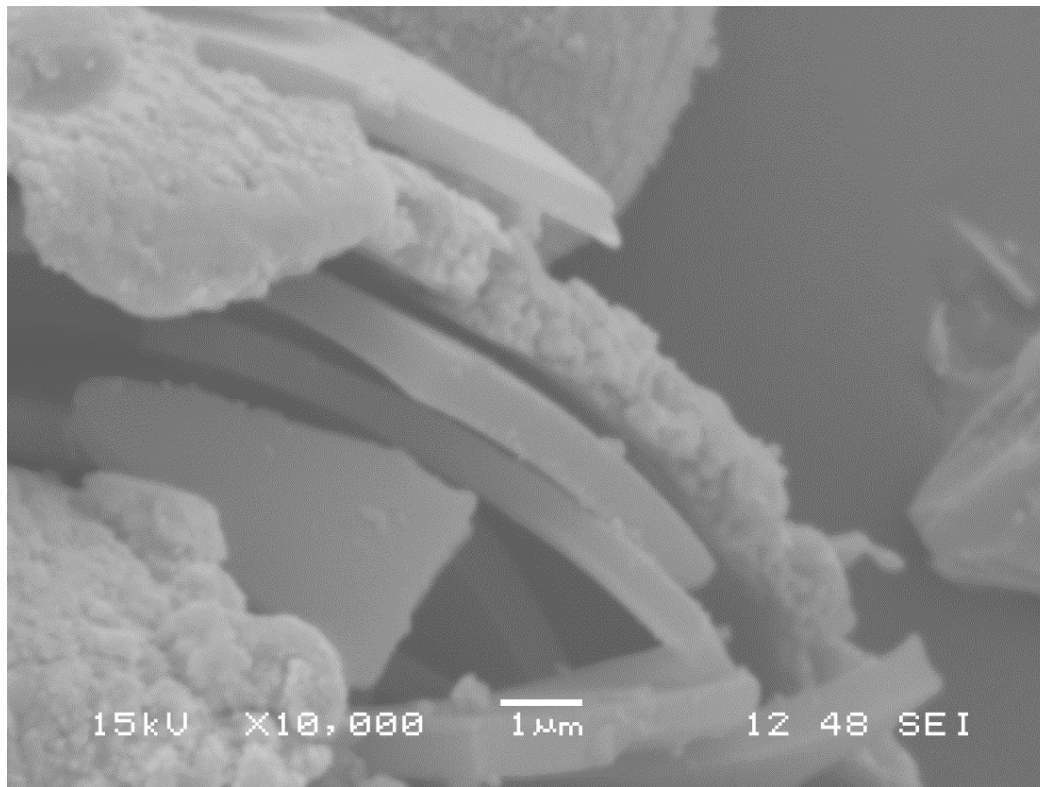
Elt	XRay	Int	Error	K	Kratio	W%	A%
O	Ka	21.8	34.6133	0.0226	0.0211	4.32	13.52
Na	Ka	4.4	34.6133	0.0029	0.0027	1.77	3.86
Al	Ka	6.6	24.5682	0.0034	0.0032	0.93	1.73
Si	Ka	16.4	24.5682	0.0084	0.0079	1.63	2.91
Ca	Ka	1.2	0.1529	0.0009	0.0008	0.08	0.10
Fe	Ka	41.4	0.9937	0.0639	0.0597	5.74	5.15
Co	Ka	499.0	0.9937	0.8978	0.8378	85.53	72.72
				1.0000	0.9332	100.00	100.00

# ABSOLITE pinnoitettujen mikropallojen karakterisointi

Karakterisointi SEM, murskatuille pinnoitetuille palleille, pinnoitepaksuudet

2. pinnoitus sykli

3. pinnoitus sykli



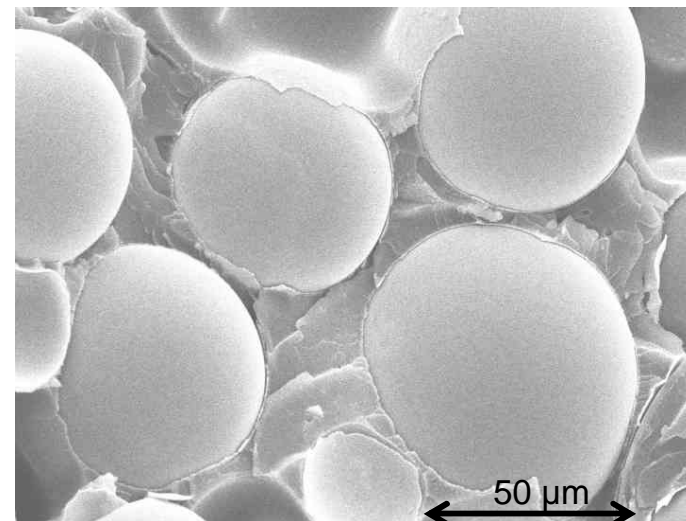
- Kohdista joissa pinnoitteen poikkileikkaus selvästi nähtävissä paksuudet noin 1 µm:n luokkaa
- Pinnoitus syklien 2 ja 3 välillä havaittavissa pinnoitekerroksen kasvua
- Osa pinnoitusmateriaalista kertyy aiemmin pinnoittumattomiin kohtiin => useammalla pinnoitus sykliillä varmistetaan parempi pinnoitteen kattavuus

# ABSOLITE mikropallojen dispergointi

## Komposiittimateriaalien valmistus

- Pinnoitettuja lasipalloja (tehoaine) valmistettiin määrällisesti pieni erä tässä vaiheessa, alle 2 g => hartsi-tehoaine sekoitettiin käsin
- Valmistuksen näkökulmasta haettiin suurin täyttöaste, mikä todettiin olevan massasuhteena noin 1:1 eli 50 p% täyttöaste
- Valmistettiin kaksi eri koostumusta noin 20 p% ja 50 p% täyttöasteella, vastaavat tilavuusosuudet 23% ja 55%

***SEM kuva pinnoitetuista mikropalloista  
uppoutuneena polymeerimatriisiin,  
täyttöaste 50 p%***



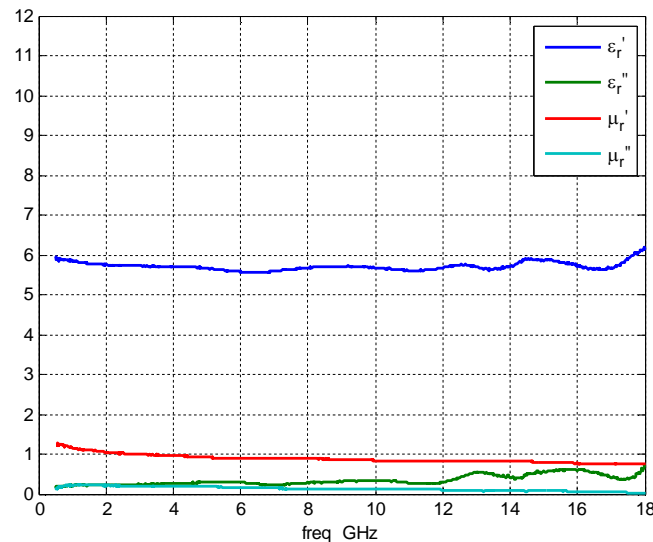


# ABSOLUTE absorptiomittaukset

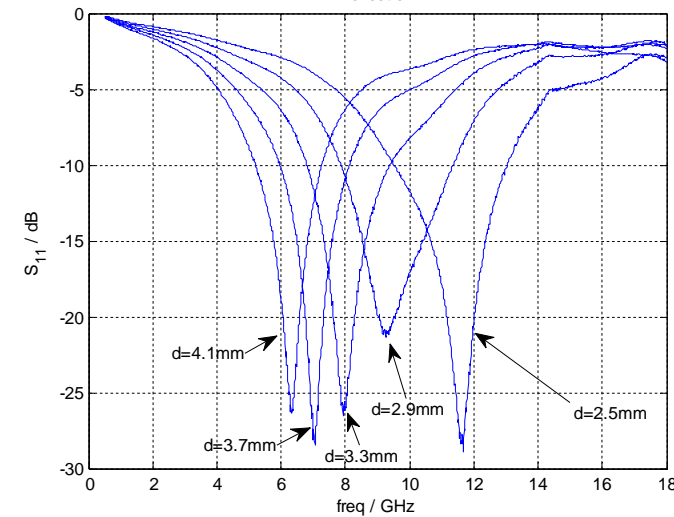
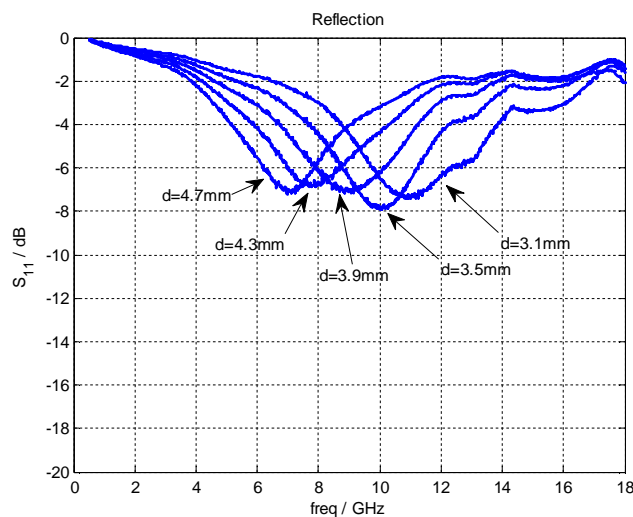
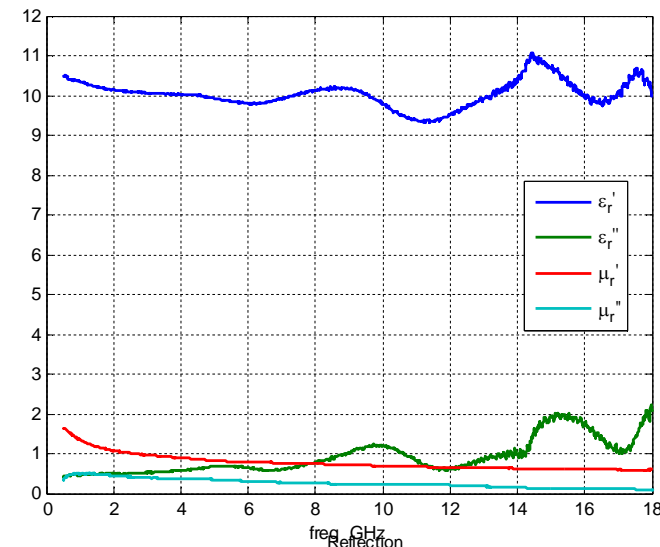
## Tulosesimerkkejä & laskentaa

- Mittaustulosten pohjalta laskennallisesti määritetty sähköinen parametri, permittiivisyys  $\epsilon$  ja magneettinen parametri, permeabiliteetti  $\mu$  taajuuden funktiona, kun täyttöaste on 20 p% ja 40 p% sekä lasketut vaimennukset eri pinnoitepaksuuksille

20p%



40p%



# ABSOLITE absorptiomittaukset

## Tulosesimerkkejä & laskentaa

- Vaimennustavoitteena oli vähintään -10dB vaimennus, kaistanleveydellä >2 GHz, 9 GHz:n tarkastelutaajuudella
- Mittausten pohjalta lasketut vaimennusominaisuudet saavutetaan 30 ja 40 p% täyttöasteella
- Kun resonanssitaajuus sovitetaan pinnoitepaksuudella 9 GHz taajuudelle saadaan laskennallisesti seuraavat neliöpainot häiveratkaisuille:

<u>Neliöpainot</u>			
Fe (ref)	ABS04-20 *)	ABS04-30	ABS04-40
7,1 kg/m <sup>2</sup>	4,3 kg/m <sup>2</sup>	3,7 kg/m <sup>2</sup>	3,3 kg/m <sup>2</sup>



53% kevennys  
referenssiin nähden

\*) vaimennusominaisuudet eivät yllä referenssin tasolle



# ABSOLITE

## Yhteenveto

- Mikropallojen pinnoituskokeet onnistuivat halutulla tehoaineella.
- Tehoaineen koostumuksen variointi onnistuu tietyissä rajoissa, kokeet vielä meneillään.
- Pinnoitekertojen toistamisella saadaan parempi kattavuus sekä pinnoitekerroksen paksuus noin 1  $\mu\text{m}$  luokkaan.
- Mikropallojen dispergointi matriisiin mahdollista 50 p% saakka, riittävä vaimennus saavutettavissa alemmilla täyttöasteilla.
- Pinnoitettuja mikropalloja käyttämällä saavutetaan riittävä vaimennustaso 53 % alhaisemmalla neliöpainolla kuin referenssimateriaalilla.



# TEKNOLOGIASTA TULOSTA

