

TIIVISTELMÄRAPORTTI (SUMMARY REPORT)

Kevennetyt häiveratkaisut RF- taajuusalueella

Pertti Lintunen, VTT PL 1300, 33101 Tampere, Pertti.Lintunen@vtt.fi, 020722 3701
Tomi Lindroos, Arto Hujanen, VTT

Tiivistelmä

Häivetekniikalla on keskeinen rooli nykyaikaisessa puolustustoiminnassa. Elektronisen suojauksen lisäksi voidaan sähkömagneettisen säteilyn synnyttämiä herätteitä hallita materiaaliteknologian avulla. Aiemmissä tutkimuksissa on löydetty vaimennuskyvyltään riittäviä häiveratkaisuja, mutta tiettyihin suojauskohteisiin kyseisten häiveratkaisujen neliöpainot ovat edelleen olleet liian suuria. Vaikuttamalla materiaalin sähköisiin ja magneettisiin ominaisuuksiin voidaan materiaalin kykyä absorboida säteilyä mikroaaltoalueella tehostaa. Häiveratkaisua voidaan tehokkaasti keventää käyttämällä onttoja mikropalloja, joiden pintaan valmistetaan haluttu mikroaltoa absorboiva tehoainekerros. Projektissa valittiin pinnoitekerroksen valmistustekniikaksi kemiallinen pinnoitus lähtien liikkeelle metallisuoloista. Pinnoitusaluslaksi valittiin muovien täyteaineena yleisesti käytössä oleva mikropallolaatu, jonka tiheys oli luokkaa $\sim 0.5 \text{ g/cm}^3$. Projektissa löydettiin kemiallisen pinnoituksen prosessointiolosuhteet, joilla saatiin aikaan onnistunut pinnoitekerros mikropallojen pintaan. Pinnoitetut mikropallot dispergoitiin epoksipohjaiseen matriisiin eri täyteainepitoisuuksilla ja näin valmistetuista komposiittimateriaaleista mitattiin häviöt taajuuden funktiona RF taajuusalueella. Valittuun referenssivaimennusmateriaaliin nähden saavutettiin 53 %:n kevennys häivemateriaalin neliöpainossa, mikä ylittää projektille asetetun tavoitteen.

1. Johdanto

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.

Vaikuttamalla materiaalin sähköisiin ja magneettisiin ominaisuuksiin voidaan materiaalin kykyä absorboida säteilyä mikroaaltoalueella tehostaa. Häiveominaisuudet tutkasäteilyn aallonpituusalueella (mikroaaltoabsorptio) on usein ratkaistu esim. kerrosrakenteilla tai pintojen tarkalla geometrialla. Näissä ratkaisuissa on käytetty kaupallisia materiaaleja, jotka on valittu useinkin edullisuuden perusteella. Esimerkkinä tunnetusta häivemateriaaliratkaisusta voidaan mainita karbonyylirauta-polymeerikomposiitti. Näillä materiaaliratkaisuilla on ongelmana liian suuri neliöpaino aiheuttaen suhteellisen suuren painonnousun suojauskohteissa kuten esim. laivat tai kevyet lennokit. Tämä karbonyylirauta-polymeerikomposiitti valittiin referenssimateriaaliksi, johon projektin aikana kehitettyjä häivemateriaaliratkaisuja verrattiin.

Viimeaikainen kehitys on johtanut siihen että sähkömagneettisen spektrin käyttö ja hallinta on yleistynyt ja laajentunut perinteisten taajuusalueiden ulkopuolelle. Sähkömagneettinen spektri muodostaa rajallisen luonnonvaran, joten spektri on koko ajan käymässä ruuhkaisemmaksi. Tavanomaisen tutkataajuusalueen (9-12 GHz) ulkopuolella on myös toimilaitteita, joiden

Postiosoite	Käyntiosoite	Puhelin	s-posti, internet
Postadress	Besöksadress	Telefon	e-post, internet
Postal Address	Office	Telephone	e-mail, internet
MATINE/Puolustusministeriö	Eteläinen Makasiinikatu 8 A	Vaihde 295 160 01	matine@defmin.fi
PL 31	00130 Helsinki		www.defmin.fi/matine
FI-00131 Helsinki	Finland		
Finland			



suojaus häivetekniikalla on tarpeen. Korkeat taajuusalueet aina 50 GHz asti ovat kiinnostuksen kohteena. Kyky ymmärtää materiaalikoostumuksen ja sähkömagneettisen säteilyn vuorovaikutusta mahdollistaa parhaan häivemateriaalikoostumuksen löytämisen kullekin taajuusalueelle.

Tämä projekti edistää häivemateriaalien kehittämistä ja on luontevaa jatkoa aiempina vuosina 2010-2013 toteutetuille, häivemateriaalien tutkimukseen keskittyneille MATINE projekteille. ABSOLITE projektissa keskitytään löytämään ratkaisuja häiveratkaisun keventämiseksi suorituskyvyn pysyessä ennallaan verrattuna tunnettuun karbonyylirauta-polymeerikomposiitti häivemateriaaliin RF- taajuusalueella. Aiempien MATINE projektien puitteissa on ABSOLITE hankkeen tärkeydestä keskusteltu PVTUTKL:n häivetutkimuksen henkilöiden kanssa. VTT:n sisällä hanke toteutettiin Materiaalit ja valmistus - sekä Antennit ja RF- teknologiat-tutkimusalueiden välisenä, tiiviinä yhteistyönä.

2. Tutkimuksen tavoite ja suunnitelma

Projektin tavoitteena oli tutkia ja selvittää kevyempien absorptiomateriaalien käyttömahdollisuutta suojauskohteissa. Tutkittavat materiaalit koostuivat ontoista ferromagneettisella tehoaineella pinnoitetuista mikropalloista ja polymeerien yhdistelmistä (komposiitit). Tavoitteena oli keventää vähintään 50 % häivemateriaalin tiheyttä verrattuna häivemateriaalina tunnettuun karbonyylirauta-polymeerikomposiittiin, jonka tiheys on noin 2,58 g/cm³. Kokonaisratkaisussa tavoiteltiin ohuita kerrospaksuuksia, jotka eivät vaikeuttaisi autonomisten järjestelmien liikkuvuutta/toimivuutta. Projektin tavoitteena oli:

- tutkia ja kehittää kevennettyjä hybridimateriaalikoostumuksia, joiden vaimennuskyky määritetään RF taajuusalueella.
- tutkia ontojen mikropallojen pinnoitusmahdollisuudet halutun tehoaineen saamiseksi mikropallon pintaan.
- valmistaa komposiittimateriaaleja eri täyteainepitoisuuksilla käyttäen täyteaineena (tehoaineena) pinnoitettuja mikropalloja
- kehittää näytekappaleiden mittaustulosten perusteella ontojen tehoainepartikkelien koostumusta ja komposiittimateriaalin rakennetta (vuosi 2016)

Mittaustuloksista määritettiin koemateriaalin vaimennuskyky ja optimaaliset kerrosvahvuudet.

3. Aineisto ja menetelmät

Mikroaaltoja absorboivat materiaaliratkaisut ovat käytännössä yleensä olleet komposiittirakenteita koostuen dielektrisestä komponentista ja ferromagneettisesta komponentista, joka yleensä on metalli tai metalliseos. Absorptioratkaisuissa on käytetty dielektrisinä materiaaleina mm. vaahtoja, elastomeerejä ja muoveja. Nämä dielektriset materiaalit toimivat absorptioratkaisuissa matriisimateriaaleina, johon seostetaan tehoaineita kuten esim, karbonyylirautaa, koboltti-nikkeliseosta jauhamaiseena lisäyksenä. Kun nämä metalliset tehoaineet saadaan pinnoitteena onton mikropallon pintaan ja nämä pinnoitetut mikropallot lisätään matriisimateriaaliin, voidaan saavuttaa merkittävää painonsäästöä.

Tutkimustyön toteutus koostui seuraavista osa-alueista:

- Onttojen mikropallojen pinnoituskokeet tehoainekerroksen aikaansaamiseksi mikropallon pintaan.
- Valmistettujen pinnoitekerrosten karakterisointi koostumuksen ja kerrospaksuuden määrittämiseksi.
- Koemateriaalien valmistus mikroaaltoabsorptiomittauksiin eri täyteainepitoisuuksilla.
- Koemateriaalien mittaukset ja ominaisuuksien laskenta mittausten pohjalta sekä rakenteiden edelleen kehittäminen laskentatulosten pohjalta.

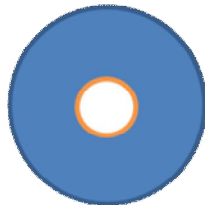
Onttojen mikropallojen pinnoituskokeet:

Kirjallisuuden¹⁾ pohjalta löytyi potentiaalinen valmistusreitti, jota sovellettiin absorboivan pinnoitekerroksen aikaansaamiseksi mikropallojen pintaan. Projektissa valittiin pinnoitekerroksen valmistustekniikaksi kemiallinen pinnoitus lähtien liikkeelle metallisuoloista (electroless plating). Pinnoituskokeet olivat projektin toteutuksen kannalta suurimman riskin osa-alue, koska siinä jouduttiin ottamaan haltuun uusi tekniikka. Myöhemmässä vaiheessa käytetyt tekniikat, komposiittimateriaalin valmistus ja koemateriaalien vaimennusominaisuuksien määrittäminen, olivat olleet käytössä jo aiemmissä häivemateriaalitutkimukseen liittyneissä projekteissa ja siten entuudestaan tutumpia. Pinnoitettavaksi mikropallolaaduksi valittiin tunnetun valmistajan ontto mikropallo, jonka keskimääräinen partikkelikoko oli noin 20 µm. Kun koepinnoitusten prosessointiolosuhteet saatiin kohdalleen, pinnoitetut ontot mikropallot tarkasteltiin elektronimikroskopian ja energiadiispersiivisen analyysin (SEM+EDS) sekä röntgendiffraktion (XRD) avulla pinnoitekerroksen koostumuksen ja paksuuden määrittämiseksi. Kun tarkastelujen jälkeen pinnoitekerros todettiin riittävän hyväksi, niin siirryttiin toteutuksessa seuraavan vaiheeseen.

¹⁾ 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.

Komposiittimateriaalien ja mittauskappaleiden valmistus:

Komposiittimateriaalin matriisiksi valittiin yleisesti käytetty epoksi, joka sisältää hartsin ja kovetinosan. Tehoaineina käytettiin pinnoitettuja, onttoja mikropalloja ja niitä lisättiin matriisiin eri täyteainepitoisuuksilla aina 50 p%:iin asti mikä osoittautui käytännössä valmistettavuuden kannalta ylärajaksi. Kun seos oli saatu riittävän homogeeniseksi, niin komposiittiseos valettiin pieneen muottiin noin 3 mm paksuisena kerroksena, josta työstettiin alla oleva kuvan 1 mukainen rengas mittauksiin taulukossa mainituin mitoin.



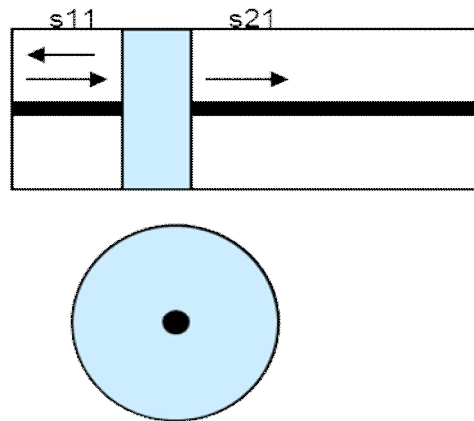
Frequency range	Outer diameter / mm	Tolerance	Inner diameter / mm	Tolerance
0.1-18 GHz	7.00	+0.0/-0.05 mm	3.04	+0.05/-0.0 mm

Kuva1. Mikroaaltoabsorptiomittauksissa käytetyn rengasmaisen näytteen dimensiot.

Koemateriaalien mittaukset ja materiaalin vaimennusominaisuuksien määrittäminen mittausten pohjalta:

VTT:llä on mittauslaitteistoa tutkittavien pintojen heijastus- ja absorptio-ominaisuuksien mittaamiseen laboratorio-olosuhteissa melkein aukottomasti 5-110 GHz taajuusalueilla. Myös materiaalin sähköisten ja magneettisten aineparametrien analysointi on mahdollista samalla taajuuskaistalle.

Mittauksissa käytettiin ns. koaksiaalista näytteenpidintä, johon sopii kuvan 1 mukainen rengasmaisen näyte. Mittaus perustuu näytteen läpimenevän ja heijastuvan säteilyn detekointiin. Periaatekuva mittauksesta on esitetty kuvassa 2. Kun mitattavan näytteen paksuus tunnetaan, voidaan mitattujen s_{11} ja s_{21} arvojen pohjalta määrittää materiaalin kompleksinen sähköinen parametri ϵ^* ja magneettinen parametri μ^* .



Kuva 2. Mikroaltoaabsorptiomittauksen periaatekuva jossa näytteestä (sininen) mitataan heijastuva s_{11} säteily ja läpimenevä s_{21} säteily.

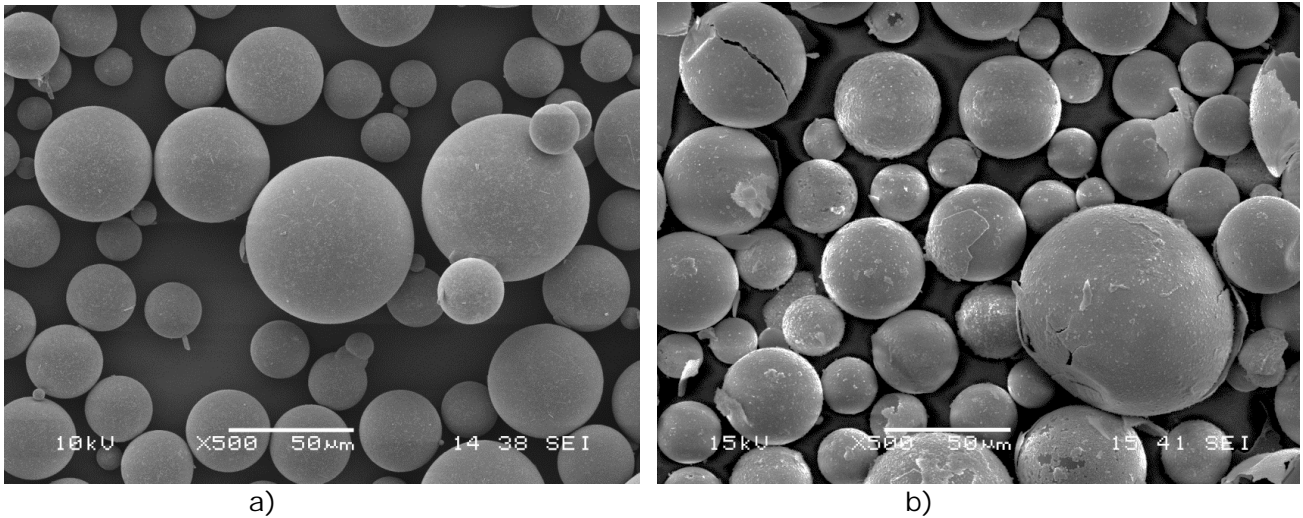
ABSOLUTE projektin keskeisenä ideana oli hyödyntää mikroaltoaalueen absorptiomateriaaleissa metallisella tehoaineella pinnoitettuja onttoja mikropalloja upotettuna sähköä eristävään matriisiin. Tarkoituksena oli aikaansaada komposiittimateriaaliin perustuva häiveratkaisu, johon mikroaltoa-säteily (MA) tunkeutuu mahdollisimman vähän heijastuen ja absorboituu komposiittimateriaaliin valittujen tehoainepartikkelien sekä matriisimateriaalin yhteisvaikutuksesta. MA- säteilyn absorboituminen tapahtuu sähköisten ja magneettisten häviöiden kautta.

4. Tulokset ja pohdinta

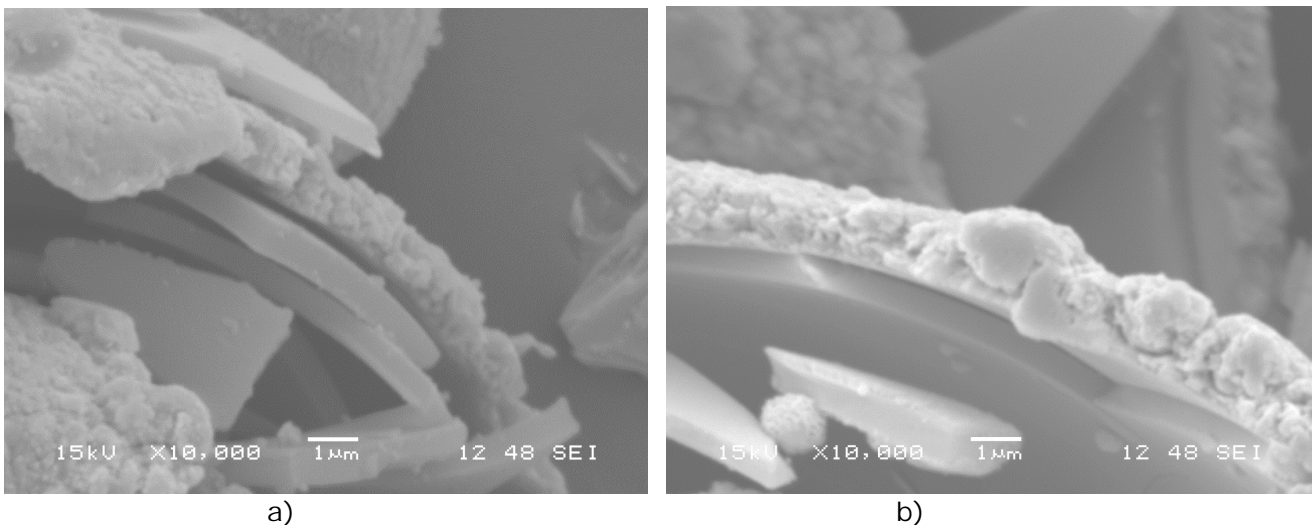
Projektin alkuvaiheessa kartoitettiin kiinnostavimpia onttoja mikropalloja. Edullisuutensa ja saatavuutensa ansiosta valittiin muovien täyteaineena käytetty ontto mikropallolaatu, jonka keskimääräinen partikkelikoko oli noin 20 μm . Valittu mikropallolaatu toimi kemiallisessa pinnoituksessa hyvin ja sen pintaan aikaansaatiiin Co-Fe- pohjainen metallinen pinnoitekerros noin 1 μm :n vahvuisena. Pinnoitusprosessin olosuhteissa todettiin liuoksen pH:n ja lämpötilan olevan merkittäviä parametreja pinnoituksen onnistumisen kannalta. Kuvassa 3 on esitetty SEM kuvat pinnoitealustana käytetyistä onttoista mikropalloista sellaisenaan ja pinnoituksen jälkeen. Pinnoituksen jälkeen kuvatuissa mikropalloissa on näkyvissä jonkin verran murtuneita mikropalloja sekä alueita, joihin pinnoitekerros ei ole kasvanut. Pinnoitekerroksen paremman kattavuuden aikaansaamiseksi pinnoitusyksi toistettiin kolme kertaa, jonka todettiin olevan riittävä kattavan pinnoitekerroksen muodostamiseksi koko pinnoituserän mikropalloihin. Pinnoitekerroksen paksuuden selvittämiseksi osa pinnoitetuista onttoista mikropalloista murskattiin murtopintojen synnyttämiseksi. Kuvassa 4 on esitetty pinnoitekerrosten vahvuus 2. ja 3. pinnoitusyksiön jälkeen.

Pinnoituskokeissa haettiin myös mahdollisuutta varioida syntyvän pinnoitekerroksen Co/Fe suhdetta. Pinnoituskokeiden lähtökohtana olleessa kirjallisuusviitteessä keskityttiin Co-pohjaiseen pinnoitekoostumukseen, jossa Fe- pitoisuus oli <10 %. Tämän koostumuksen valmistus onnistui toistettavasti kun pinnoitusprosessin olosuhteet olivat kohdallaan. Alustavissa kokeissa kerroksen Fe- pitoisuutta voitiin kasvattaa > 10 %:iin, mutta tässä

vaiheessa ei vielä ehditty hakea pinnoitusprosessin olosuhteita joilla olisi voitu kasvattaa Fe-pitoisuutta entisestään jopa 50 p%:iin saakka.



Kuva 3. Kemiallisessa pinnoituksessa käytetyt mikropallot a) sellaisenaan ja b) pinnoituksen jälkeen.



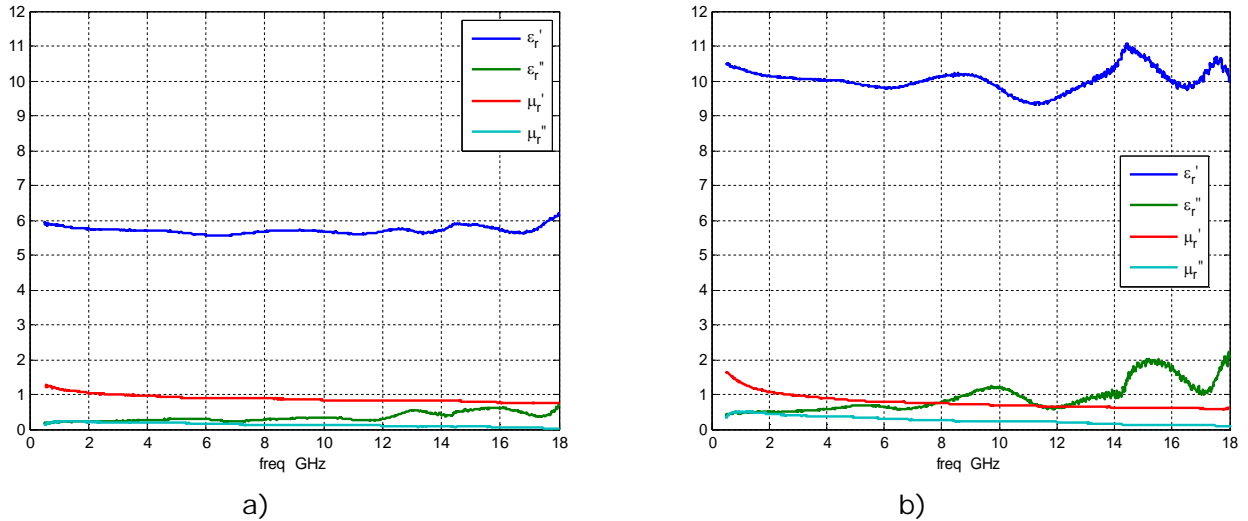
Kuva 4. Pinnoitettujen mikropallojen murskauksessa syntyneet poikkipinnat a) 2. pinnoitusyklin jälkeen ja b) 3. pinnoitusyklin jälkeen. Tasaiset liuskeet ovat mikropallon kuorta, jonka päällä morfologialtaan epätasaisempi noin 1 µm paksuinen metallinen pinnoitekerros.

Varsinaiset mittauksiin menevät koemateriaalit valmistettiin dispergoimalla valmistetut pinnoitetut mikropallot epoksimatriisiin. Täyteainepitoisuutta varioitiin onnistuneesti 10-50 p% välillä, jolloin voitiin valmistaa mittauksiin riittävä määrä erilaisia näytteitä koostumuksen ja vaimennusominaisuuksien välisen korrelaation löytämiseksi. Komposiittiseokset valettiin pieneen muottiin noin 3 mm vahvuksena kerroksena.

Mittaukset suoritettiin aiemmin esitetyn kuvan 1 mukaisille rengasmaisille näytteille. Mittaussarjassa oli mukana useampi valmistettu näyte, joista seuraavassa on esitetty muutamia tulosesimerkkejä.

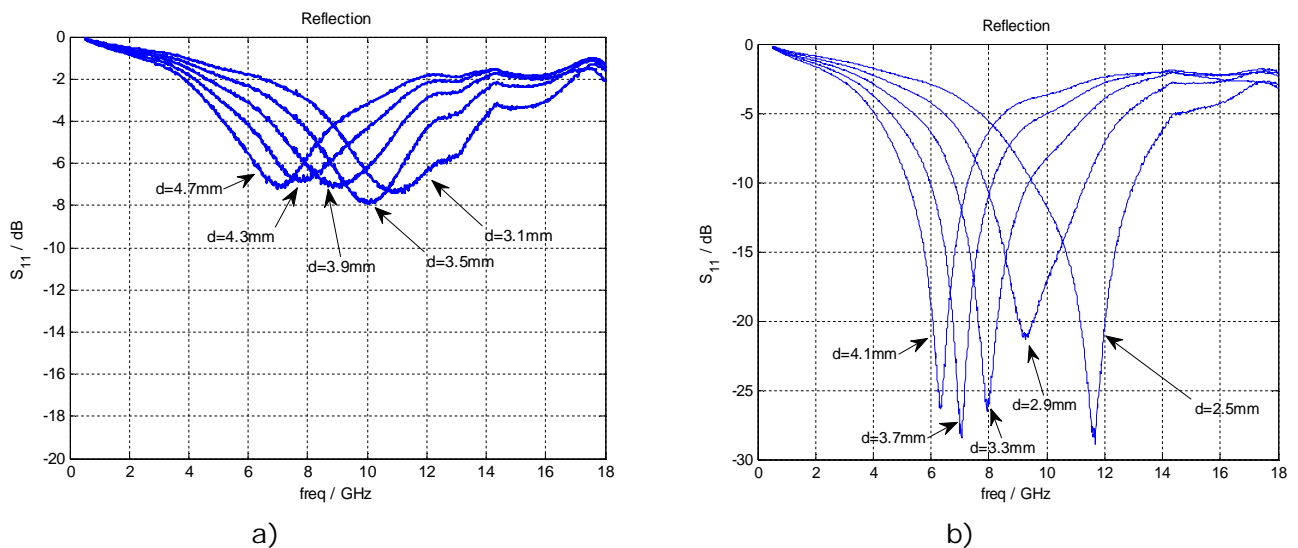
Kuvassa 5 on esitetty Co-Fe- seoksella pinnoitetuilla mikropalloilla seostetun epoksiyhäisen

komposiitin mittausten pohjalta määritetyt sähköiset parametrit ϵ' ja ϵ'' sekä magneettiset parametrit μ' ja μ'' taajuuden funktiona. Vertailtaessa kahdella eri täyttöasteella seostettujen komposiittien tuloksia, havaitaan täyttöasteen kasvattamisen vaikuttavan enemmän sähköiseen parametriin ϵ' , magneettisten parametrien pysyessä likimain samalla tasolla kummassakin tapauksessa.



Kuva 5. Mittausten pohjalta määritetyt ϵ ja μ kompleksiset arvot taajuuden funktiona Co-Fe pinnoitetuilla mikropalloilla seostetulle epoksipohjaiselle komposiitille kun a) täyttöaste on 20 p-% ja b) täyttöaste on 40 p-%.

Kompleksisten sähköisten ja magneettisten arvojen pohjalta voidaan laskea materiaalin absorptiokyky taajuuden funktiona. Kuvassa 6 on esitetty laskennalliset heijastusvaimennukset vastaavista materiaalinäytteistä eri vaimennuskerroksen paksuuksilla.



Kuva 6. Lasketut heijastusvaimennukset eri vaimennuskerroksen paksuuksilla kun a) täyttöaste on 20 p-% ja b) täyttöaste on 40 p-%.

Vaimennuksista voidaan todeta ettei 20 p-%:n täyttöasteella vaimennus ylitä -10 dB tasoa, mikä oli alkuaan vaimennukselle asetettu minimivaitotaso. Kun täyttöaste on 40 p-% vaimennukset ovat merkittävästi suuremmat ja huippuarvot ylittävät jopa -25 dB tason



tietyillä vaimennuskerroksen paksuuksilla. Vaimennuksen huippuarvon lisäksi vaimennuksen kaistanleveydelle asetettu ehto, joka on vähintään > 2GHz -10dB vaimennustasolla, ylittyy esim. vaimennuskerroksen paksuuden ollessa 2.9 mm.

Kun resonanssitaajuus sovitetaan pinnoitepaksuudella 9 GHz:n taajuudelle, saadaan laskennallisesti määritettyä taulukon 1 neliöpainot häiveratkaisuille eri täyteainepitoisuuksilla. Taulukossa on esitetty myös vastaavan suorituskyvyn omaavan referenssinä käytetyn, karbonyylirauta-polymeerikomposiitin neliöpaino.

Taulukko 1. Häiveratkaisun laskennalliset neliöpainot kun resonanssitaajuus on sovitettu pinnoitepaksuudella 9 GHz:n taajuudelle.

<u>Neliöpainot</u>			
Fe (ref)	ABS04-20*) 20 p-%:n täyttöaste	ABS04-30 30 p-%:n täyttöaste	ABS04-40 40 p-%:n täyttöaste
7,1 kg/m ²	4,3 kg/m ²	3,7 kg/m ²	3,3 kg/m ²

*) vaimennuksen suorituskyky ei ollut riittävä

5. Loppupäätelmät

Projektin aikana kehitettiin valmistusreitti onttojen mikropallojen pinnoittamiseksi Co-Fe pohjaisella koostumuksella. Projektissa määritettiin kemiallisen pinnoituksen prosessointiolosuhteet, joilla saadaan aikaan yhtenäinen kontrolloitu pinnoitekerros mikropallojen pintaan. Pinnoitekerroksen koostumuksen varioinnissa onnistuttiin kasvattamaan Fe- pitoisuutta lähtökoostumukseen nähden, mutta tutkimus jäi osittain kesken vuoden 2015 aikana. Pinnoitekerroksen koostumuksen variointi luo erittäin mielenkiintoisen mahdollisuuden säätää vaimennuksen suorituskykyä vaimennusratkaisun pysyessä edelleen hyvin keveänä. Siksi pinnoitekerroksen koostumuksen säätöä olisi mielenkiintoista tutkia edelleen mahdollisissa jatkohankkeissa. Pinnoitettujen mikropallojen dispergointi epoksiin onnistui eri täyteainepitoisuuksilla ja näin valmistetuista komposiittimateriaaleista mitattiin häviöt taajuuden funktiona RF taajuusalueella. Täyteainepitoisuuden vaikutuksesta absorptiomateriaalin suorituskykyyn saatiin arvokasta tietoa ja löydettiin täyteainepitoisuuden vähimmäismäärä, jolla tavoitellut vaimennusominaisuudet saavutettiin. Parhailla koostumuksilla valittuun vastaavan suorituskyvyn omaavaan referenssivaimennusmateriaaliin nähden saavutettiin 53 %:n kevennys häivemateriaalin neliöpainossa, mikä ylittää projektille asetetun tavoitteen.

6. Tutkimuksen tuottamat tieteelliset julkaisut ja muut mahdolliset raportit

Projektin aikana ei syntynyt tieteellisiä julkaisuja tai muita raportteja.