

Magnus Oskarsson

Slutrapport

Strategiskt kompetensutvecklingsprojekt

Gradient- och matrismaterial

TOTALFÖRSVARETS FORSKNING SINSTITUT

Vapen och skydd

147 25 Tumba

FOI-R--0514-SE

Maj 2002

ISSN 1650-1942

Metodrapport

Magnus Oskarsson

Slutrapport

Strategiskt kompetensutvecklingsprojekt

Gradient- och matrismaterial

Utgivare Totalförsvarets Forskningsinstitut - FOI Vapen och skydd 147 25 Tumba	Rapportnummer, ISRN FOI-R--0514--SE	Klassificering Metodrapport
	Forskningsområde 9. Ledning och administration	
	Månad, år Maj 2002	Projektnummer I231
	Verksamhetsgren 5 Uppdragsfinanserad verksamhet	
	Delområde 005	
Författare/redaktör Magnus Oskarsson	Projektledare Magnus Oskarsson	
	Godkänd av Michael Jacob	
	Tekniskt och/eller vetenskapligt ansvarig	
Rapportens titel Slutrapport - Strategiskt kompetensutvecklingsprojekt - Gradient- och matrismaterial		
Sammanfattning Denna slutrapport redogör för syftet med att genomföra, vad som åstadkommit samt framtid för internfinansierat strategiskt kompetensutvecklingsprojekt "Gradient- och matrismaterial".		
Nyckelord SPS, Gradient material, matrismaterial, Aluminiumoxid, Al ₂ O ₃ , SiC-whiskers, Titandiborid, TiB ₂		
Övriga bibliografiska uppgifter	Språk Svenska	
ISSN 1650-1942	Antal sidor: 10	
Distribution enligt missiv	Pris: Enligt prislista Sekretess	

Issuing organization FOI – Swedish Defence Research Agency Weapons and Protection SE-147 25 Tumba	Report number, ISRN FOI-R--0514--SE	Report type Methodology report
	Research area code 9.	
	Month year May 2002	Project no. I231
	Customers code 5	
	Sub area code 005	
Author/s (editor/s) Magnus Oskarsson	Project manager Magnus Oskarsson	
	Approved by Michael Jacob	
	Scientifically and technically responsible	
Report title (In translation) Final report - Strategic competence project - Gradient and matrix materials		
Abstract (not more than 200 words) This final report describes the purpose to perform, what has been achieved and the future for the internal financed strategic competence project - Gradient and matrix materials.		
Keywords SPS, Gradient materials, Matrix materials, Alumina, Al ₂ O ₃ , SiC-whiskers, Titanium, Ti, Titaniumdiboride, TiB ₂ ,		
Further bibliographic information	Language Swedish	
ISSN 1650-1942	Pages 10 p.	
	Price acc. to pricelist Security classification	

Slutrapport strategiskt kompetensutvecklingsprojekt "Gradient- och matrismaterial"

Projektperiod: 010401 - 020331

Samarbete: Prof. Mats Nygren, Oorganisk kemi, Stockholms universitet
Internfinansierat kompetensutvecklingsprojekt.

1. Bakgrund

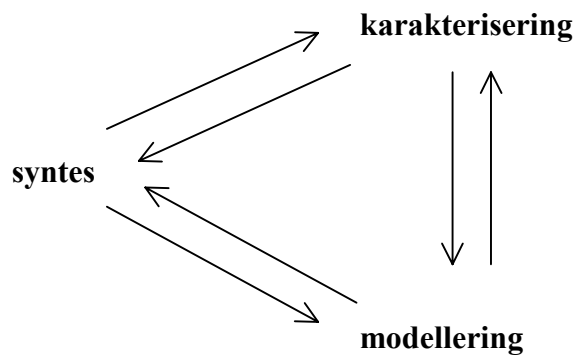
Den snabba utvecklingen inom materialområdet möjliggör utveckling av nya avancerade material för att möta morgondagens krav. Den ökade hotbilden, bl.a. med ökat användande av pansarbrytande ammunition, erfordrar t.ex. att bättre ballistiska skydd utvecklas. En strategisk viktig kompetens är inom området gradient- och matrismaterial, eftersom man i dessa kombinerar olika materials egenskaper, så att de nya egenskaperna väsentligt höjer prestanda. Dessa material är t.ex. starkare, segare och lättare, i och med att man kan skraddarsy materialen till att optimalt passa den militära tillämpning man är intresserad av. Med gradientmaterial avses t. ex fogning av en keram med en metall genom att variera halten keram och metall på ett kontrollerat sätt från ren keram till ren metall skiktvis på mikrostrukturell nivå. I matrismaterial tillsätts t.ex. whiskers (enkristallina fibrer med en längd 10 μm -10 mm och en diameter på 10 nm-100 μm) eller små partiklar till ett grundmaterial i syfte att erhålla förbättrade egenskaper hos grundmaterialet. Tillverkning av gradient- och matrismaterial har med traditionell teknik har i princip varit omöjlig, men med den nya Spark Plasma Sintering-tekniken (SPS), har det nu blivit möjligt, varför det är av strategisk vikt att inkorporera detta i svensk försvarsforskning. Med SPS-utrustning på Stockholms universitet, Oorganisk kemi, finns en unik möjlighet för Sverige att hålla en position i forskningsfronten, eftersom denna är den första i Europa.

Traditionell sintring utnyttjar en extern värmekälla och processen är diffusionsstyrd med minskning i ytenergi som drivkraft. Vid SPS-processen appliceras en pulsad likström ($I = 5.000-10.000 \text{ A}$) över provet, vilket kan generera gnisturladdningar mellan pulverpartiklarna, som i sin tur gör det möjligt att sintra samman material som inte går med andra metoder, men strömmen ger även en uppvärmning av grafitverktyg och pulver. Det snabba uppvärmningsförloppet, tillsammans med ett yttre pålagt tryck resulterar i att pulver kan sintras snabbare och vid lägre temperatur än vid traditionell sintring. Dessa två faktorer begränsar kornstillväxten vid SPS tillverkning, vilket är gynnsamt ur ett flertal aspekter bl. a mekaniska egenskaper hos färdig produkt, eftersom hållfastheten är omvänt proportionell mot roten ur kornstorleken, $\sigma \sim d^{-1/2}$.

Framtidens material kommer med största sannolikhet ha en mer komplex sammansättning än t.ex. rena metaller eller keramer, och det är i dagsläget mycket svårt att karakterisera sammansatta materials mekaniska egenskaper. Genom att utveckla en metod för dynamisk indentering kan materialdata för sammansatta och keramiska material erhållas. Dynamisk indentering bedöms vara den metod som kräver minst resurser, och utvecklingen av detta nya karakteriseringsverktyg bedöms även få en viktig roll inom andra projekt. Den dynamiska karakteriseringen ger bl.a. nödvändig indata för numerisk simulering av materialbeteende. Dagens kommersiella finita elementkoder bygger på kontinuumsmekaniken, vilken är mekaniken för deformerbara medier utan hänsyn till dess inre struktur, även kallat mekanik på makronivå. Mikrostrukturella skillnader i material påverkar dess mekaniska egenskaper i stor utsträckning, varför det är av stor vikt att ta hänsyn till detta vid modellering av

materialbeteende. Med bakgrund av detta har inom projektramen påbörjats utveckling av ett nytt simuleringsverktyg (kallat KRYP) där hänsyn tas till de mekaniskt viktiga delar i mikrostrukturen som kristallernas glidplan och gitterfel (dislokationer).

Den långsiktiga målsättningen är att knyta ihop syntes, karakterisering och modellering för att så småningom kunna prediktera nya materials egenskaper innan de är tillverkade, med syfte att kunna utveckla bättre material med mindre experimentell insats. Detta kompetenspaket kan bli mycket betydelsefullt vid framtagning av skräddarsydda material för det framtida försvaret, för tillämpningar som ligger vid sidan av de man intresserar sig för civilt.



Figur 1. Schematisk bild för utveckling av nya material

2. Projektets målsättning:

Målsättningen med detta strategiska kompetensutvecklingsprojekt har varit att bygga upp en strategiskt viktig kompetens hos materialgruppen vid institution för Skydd och Material, Grindsjöns forskningscentrum. För tillfället är framställning av gradient- och matrismaterial med SPS-tekniken en försvarsforskningsunik kompetens, vilket öppnar vägen för att skapa en nisch för att bli en attraktiv internationell samarbetspartner inom materialområdet.

3. Verksamhet

Gradient- och matrismaterial har framställts via SPS-tekniken. Karakterisering av de framställda materialens struktur och mikrostruktur samt dess mekaniska egenskaper har skett via statistiska metoder, men framförallt har en metod för dynamisk karakterisering av keramiska material utvecklats. En programvara för modellering av materialbeteende med hänsyn till materials mikrostruktur, vilket inte hanteras av någon kommersiellt tillgänglig kod, har börjat utvecklas. Ett flertal rapporter har publicerats inom ramen för detta projektet, vilka finns redovisade i punkt 5. Publicerade rapporter / referenser. Samverkan med projektet "Lätta skydd" har starkt bidraget till mängden forskningsresultat.

3.1 Syntes och karakterisering

Projektet inriktades i ett tidigt skede på att studera framställning av nanokristallin aluminiumoxid (Al_2O_3), ett matrismaterial av aluminiumoxid med kiselkarbidwhiskers (SiC) samt ett gradientmaterial av titan (Ti) och titandiborid (TiB_2).

En långsiktig målsättning är att kunna framställa en transparent keram, bl. a. för ballistiskt skydd av sensorer och radar samt för fordonstillämpningar. Nanokristallin Al_2O_3 är ett kandidatmaterial för att nå denna egenskap, dock begränsas möjligheterna idag av tillgången på nanokristallint pulver av god kvalitet.

Matrismaterial kombinerar olika materials egenskaper, med whiskersförstärkning ökas brottsegheten hos keramer, medan hårdheten bibehålls (jämfört med ren keram) eller ökar något.

Syftet med att tillverka gradientmaterial är att öka keramernas skyddsförmåga genom att ha en styv "backing". Skillnader i bl. a. termisk expansionskoefficient gör att det svårt att ha en diskret materialgräns mellan keram och metall. Vill man skapa ett material med en sida av ren metall och en sida med ren keram, så måste halten keram och metall varieras på ett kontrollerat sätt från ren keram till ren metall skiktvis på mikrostrukturell nivå för att få fram den önskvärda fogningen av keram och metall.

Submikron aluminiumoxid (Al_2O_3)

Det har framställts ett antal fulltäta provkroppar med submikron kornstorlek från kommersiellt tillgängligt pulver [3]. Den snabba kompakteringen med SPS-processen undertrycker korntillväxten, vilket har betydelse för materialets skyddsförmåga, då en mindre kornstorlek ger högre brottseghet. De mekaniska egenskaperna har karakteriserats (hårdhetsmätning, böjprovning) och jämförts med kommersiellt tillgänglig Al_2O_3 [4]. Resultaten visar att de SPS-tillverkade materialen är hårdare och har högre böjstyrka. Materialen har karakteriserats ballistiskt, genom skjutförsök [5] och resultaten visar att de SPS-tillverkade material har liknande skyddsförmåga som de kommersiella Al_2O_3 materialen, med den skillnaden att SPS-materialen är translucenta. Resultaten får anses tillfredsställande eftersom de är i första stadiet av materialutveckling, där en möjlig slutprodukt är transparent ballistiskt skyddsmaterial.

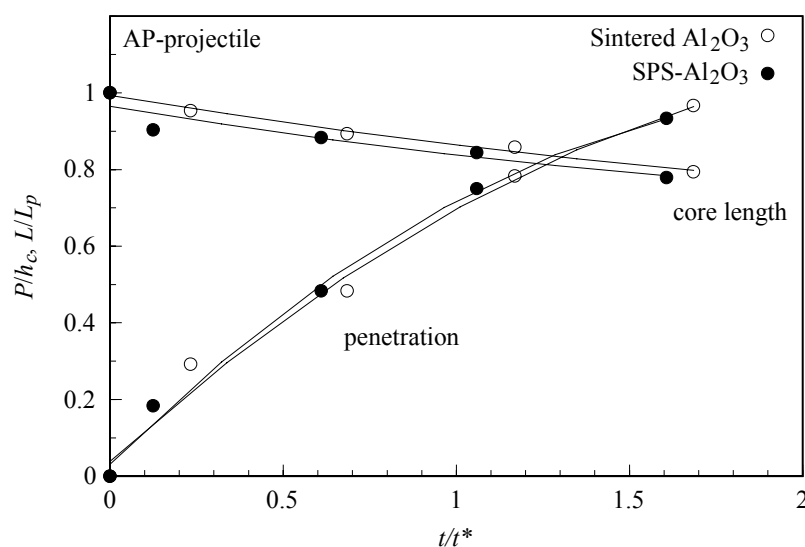


Bild 2. Penetrationsdjup, P/h_c , och projektilkärnlängd, L/L_p , mot tid efter träff, t/t^* , i kommersiell Al_2O_3 och SPS- Al_2O_3 [8].

Aluminiumoxid (Al_2O_3) med SiC-whiskers

Genom att tillföra s.k. whiskers till en keram förbättras de brottmekaniska egenskaperna samtidigt som materialens hållfasthet bibehålls. En Al_2O_3 med 25% SiC-whiskers, med goda mekaniska egenskaper, har framställts [4]. Detta materials ballistiska egenskaper kommer testas inom ramen för projektet "Lätta skydd".

Gradientmaterial, Ti-TiB₂

Undersökning av sintringsparametrar och mikrostrukturella studier av genomförd sintring av de individuella skikten har utförts. Då det visade sig vara i princip omöjligt att sintra ett fulltätt TiB₂ material med sintringsparametrar som inte förstör de andra skikten, övergavs detta material till förmån för en (TiB₂)_{0.95}(Ti)_{0.05} blandning. Detta material visade sig ha bättre mekaniska egenskaper än kommersiellt tillverkad TiB₂ [4]. Skjutförsök med AP-ammunition visade att penetrationsmotståndet för (TiB₂)_{0.95}(Ti)_{0.05} var bättre än för den kommersiella TiB₂ keramen [5].

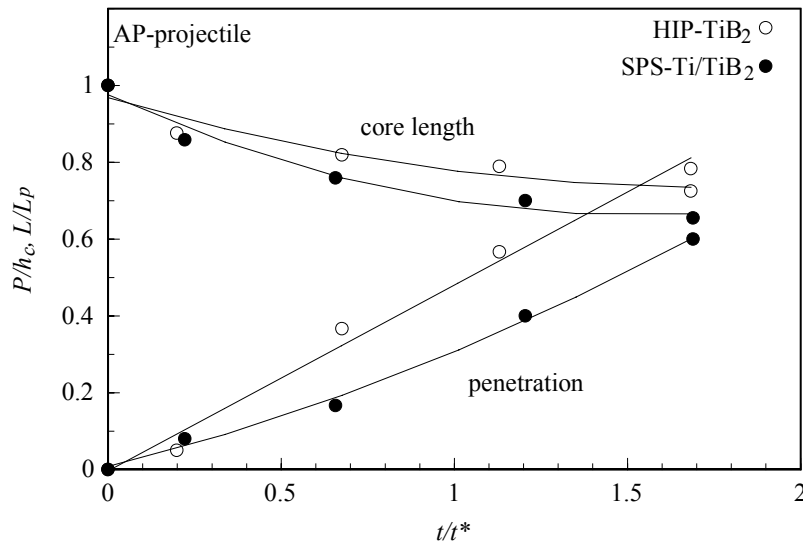
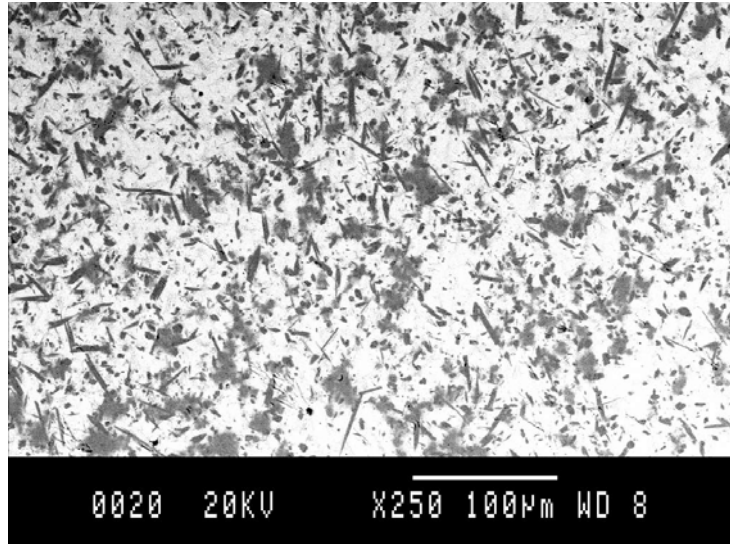


Bild 3. Penetrationsdjup, P/h_c , och projektilkärnlängd, L/L_p , mot tid efter träff, t/t^* , i Het Isostat Pressad (HIP) TiB₂ och SPS-(Ti)_{0.05}(TiB₂)_{0.95} [8].

Vid SPS-sintring av (Ti)_{0.8}(TiB₂)_{0.2} bildades "In-Situ" (under sintringsprocessen reagerade TiB₂ med Ti och bildade TiB) i det närmaste perfekta titanboridwhiskers (TiB), ett material som bedöms ha goda mekaniska egenskaper. Detta material har inte hunnit undersökas närmare inom projektets ram, men målsättningen är att studera det i framtiden.

Inledande försök att sintra gradientmaterial har genomförts, men ytterligare studier erfordras innan fullgoda material kan framställas.



Figur 2. TiB-whiskers i Ti-matris hos $(\text{Ti})_{0.8}(\text{TiB}_2)_{0.2}$ komposit.

3.2 Dynamisk indentering

Åtskilliga försvarsforskningslaboratorier runt om i världen intresserar sig mer och mer för hårda och spröda material, eftersom dessa bedöms få en större användning i framtiden. Dynamisk karakterisering av dylika material är svår och resurskrävande, men materialdata är nödvändig för förståelse, tillämpningar och utveckling. Vi har valt en metod som bedöms ge nödvändiga data till ett minimum av resurser. För att karakterisera dynamiska materialegenskaperna för hårda och spröda material erfordras ny provningsutrustning. Befintliga drag- och vrid-Hopkinsutrustningar lämpar sig inte för testning av keramiska material, utan en ny metod för dynamisk indentering eller hårdhetsmätning har utvecklats. Metoden kan användas för att ge information om hårdhet, flytspänning och brottseghet vid förhöjda belastningshastigheter. En provningsutrustning har färdigställts och inledande försök med metalliska och keramiska provmaterial har genomförts [6]. Utrustningen kommer i framtiden att få användning i andra projekt, som t.ex. Lätta skydd.

3.3 Modellering

Utveckling av framtidens material kräver att nya simuleringstekniker utvecklas. Som ett steg i detta har ett numeriskt beräkningsverktyg kallat KRYP utvecklats för mesomekaniska kristallplasticitetsmodeller [7]. Det utvecklade programmet löser Newtons rörelseekvationer med finita elementmetoden, precis som de kommersiella programmen. Skillnaden är att i vår modell ingår information om materialets mikrostruktur där kornens plastiska deformation antas styras av dislokationsflöden. Grundidén är att modellera och studera enskilda korn i materialstrukturen samt följa texturen under utvecklingen av nya material. KRYP är idag ett fullt fungerande finit elementprogram kapabelt att modellera FCC kristallplasticitet.

Ett stort problemområde idag är att materialbrott, dvs. sprickor, inte kan modelleras tillfredsställande i finita elementprogram. För att hantera materialbrott bättre måste

modellering och simulering ske på ytterligare en nivå, nanonivå. Med simuleringsverktyg på de tre materialnivåerna makro-, meso- och nanonivå, samt sammanlänkning av dessa, är utsikterna goda för en framgångsrik materialforskning och -utveckling vid FOI. På detta sätt, med s.k. flernivåmodellering, arbetar flera av de inom området framstående forskargrupperna i världen.

4. Framtid

SPS-tekniken erbjuder ett antal fördelar vid framställning av nya material då helt nya möjligheter att skapa material öppnar sig. Flerfunktionella material kommer i framtiden bli allt vanligare, t.ex. transparenta keramer för ballistiska applikationer i fordon, eller signaturanpassade ballistiska skydd. Nanoteknik är ett annat intressant område där SPS-tekniken erbjuder goda möjligheter att konsolidera nanokristallint pulver med bibehållen nanopartikulär kornstorlek. Detta är mycket intressant eftersom material med nanostruktur kan ha unika egenskaper, t.ex. är de mekaniska egenskaperna betydligt bättre än för material med kornstorlekar i mikroskala. Gradient- och matrismaterial kombinerar två eller flera materials egenskaper så att prestanda kan ökas genom synergieffekter.

Delar av gradient- och matrismaterialprojektet kommer drivas vidare inom ramen för "Lätta skydd", vid utveckling av ballistiskt skydd.

5. Sammanfattning

Materialgruppen har framgångsrikt tillverkat skyddsmaterial med SPS-tekniken. De framställda materialen har genomgått mikrostrukturell och mekanisk karakterisering samt även provats ballistiskt. De framställda materialen har ballistiskt skyddsförmåga som är bättre eller i paritet med kommersiella keramer. Submikron- Al_2O_3 har potential att utvecklas ytterligare för att ge en transparent skyddskeram. Projektet har ännu inte lyckats framställa gradientmaterial av god kvalitet, men verksamheten fortgår (inom ramen för "Lätta skydd").

Kompetensutvecklingsprojektet har stärkt materialgruppens kompetens för utveckling av nya ballistiska skydd. En metod att karakterisera keramers dynamiska egenskaper har utvecklats. Programkod som modellerar plastisk deformation med hänsyn till materialens mikrostruktur, dislokationer i enskilda korn, samt textur, har utvecklats.

Resultaten från detta projekt bedöms ha stor betydelse för andra verksamheter. Kunskapen som inhämtats är av strategisk vikt för att kunna utveckla morgondagens skräddarsydda material, med avsevärt bättre egenskaper än dagens konventionella.

En förutsättning för att ett så stort antal rapporter publicerats inom ramen för projektet är samverkan med projektet "Lätta skydd".

5. Publicerade rapporter / referenser

- [1]. Annika Pettersson, Magnus Oskarsson och Jenny Petersson, "Gradient- och matrismaterial - en litteraturstudie", FOI-R--0128--SE, Juni 2001
- [2]. Annika Pettersson, "7nde ECERS-konferens i Brugge, FOI-R--0193--SE, Oktober 2001
- [3]. Magnus Oskarsson och Patrik Lundberg, "Lägesrapport - Nya sammansatta keramer, FOI-R--0303--SE, December 2001
- [4]. Annika Pettersson och Pernilla Pettersson, " Utvärdering av mekaniska egenskaper hos SPS-tillverkade Al_2O_3 - och TiB_2 -baserade material ", FOI-R--0404--SE, Mars 2002
- [5]. Patrik Lundberg och Magnus Oskarsson, "Skjutförsök av SPS-tillverkade Al_2O_3 - och TiB_2 -baserade material", FOI-RH--0092--SE, Mars 2002
- [6]. Martin Nilsson, "Dynamic Hardness Testing Using a Split Hopkinson Pressure Bar Apparatus", FOI-R--0477--SE, March 2002
- [7]. Lars Olovsson, "KRYP- A Finite Element Tool for Crystal Plasticity", FOI-R--0374--SE, March 2002
- [8]. M. Oskarsson, P. Lundberg, M. Nygren, A. Pettersson and P. Pettersson, " Al_2O_3 and $(\text{TiB}_2)_{0.95}(\text{Ti})_{0.05}$ Produced by Spark Plasma Sintering for Armour Applications", poster 20:e ballistiksymposiet, 23-27 september, 2002, Orlando, Florida, (OBS! kommande konferens)