

# THE CONSTITUTIVE RESPONSE OF BRAZING ALLOYS AND THE RESIDUAL STRESSES IN CERAMIC-METAL JOINTS

THÈSE N° 3869 (2007)

PRÉSENTÉE LE 23 AOÛT 2007

À LA FACULTÉ DES SCIENCES ET TECHNIQUES DE L'INGÉNIEUR  
LABORATOIRE DE MÉCANIQUE APPLIQUÉE ET D'ANALYSE DE FIABILITÉ  
PROGRAMME DOCTORAL EN MÉCANIQUE

ÉCOLE POLYTECHNIQUE FÉDÉRALE DE LAUSANNE

POUR L'OBTENTION DU GRADE DE DOCTEUR ÈS SCIENCES

PAR

**Matteo GALLI**

laurea in ingegneria civile, Politecnico di Milano, Italie  
et de nationalité italienne

acceptée sur proposition du jury:

Prof. L. Laloui, président du jury  
Prof. I. Botsis, directeur de thèse  
Dr J. Janczak-Rusch, rapporteur  
Dr A. Rossoll, rapporteur  
Prof. W. Tillmann, rapporteur



ÉCOLE POLYTECHNIQUE  
FÉDÉRALE DE LAUSANNE

Suisse  
2007

# Abstract

Nowadays the joining of dissimilar materials is often the only solution to fulfill the complex requirements of high technology applications. One of the fields in which the research activity is more intense and promising is that of the brazing of ceramics with metals. The performance of brazed ceramic-metal joints is limited by residual stresses which develop in the bonded assembly as it cools down after brazing. The magnitude and influence of these stresses can be particularly high because of the large difference between the thermo-mechanical properties of the two joining partners. Given the base materials and the joint geometry the relief of residual stresses mainly depends on the thermomechanical properties of the filler metal.

To study how variations of the properties of the braze alloy influence the residual stresses, an active brazing filler metal, Incusil™ABA®<sup>®</sup>, was reinforced with SiC particles and was used to join the ceramic composite Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub>/TiN to steel.

The characterization of the properties of the filler was carried out with a combined experimental and numerical approach: an experimental procedure for the production and mechanical testing of bulk specimens of reinforced and unreinforced braze filler metal was established and in parallel a three dimensional elastoplastic homogenization model was developed. The model was used both in an inverse homogenization approach, to identify the elastoplastic behaviour of the matrix alloys in the composite fillers at room temperature, and in the framework of straightforward homogenization, to obtain their temperature dependent properties.

Once the production procedures for the fabrication of joints were established, the experimental investigation on the joints followed two main directions: on one hand the residual strains were measured by X-ray diffraction while on the other hand the joint performance was evaluated by 4-point bend tests. Furthermore, optical microscopy and SEM/EDX investigations were carried out to compare the composite filler microstructures in the joints and in the tensile specimens. In parallel, finite element models were developed both for the prediction of residual stresses and for the evaluation of the evolution of the stress state in the joints during the bend tests. Finally a parametric study was carried out to study

different joint layouts.

**Keywords:** ceramic-metal joints, active brazing, homogenization, residual stresses.

# Resumé

De nos jours, la combinaison des matériaux différents est souvent la seule solution qui permet de remplir toutes les conditions requises pour des applications de haute technologie. Un des champs dans lesquels l'activité de recherche est la plus intense et prometteuse est celui du brasage des matériaux céramiques avec des métaux. La performance des joints brasés céramique-métal est limitée par les contraintes résiduelles qui se développent dans les assemblages pendant le refroidissement après le brasage. La magnitude et l'importance de ces contraintes peuvent être particulièrement grandes à cause de la grande différence entre les propriétés thermomécaniques des deux composants. Si les deux matériaux à joindre et la géométrie sont donnés, la relaxation des contraintes résiduelles dépend principalement des propriétés thermomécaniques de l'alliage de brasage. Pour étudier comment les variations de ces propriétés peuvent influencer les contraintes résiduelles, un alliage de brasage actif, Incusil™ABA® , a été renforcé avec des particules de SiC. Ce matériau de brasage composite actif a été ensuite utilisé pour joindre le composite céramique  $\text{Si}_3\text{N}_4/\text{TiN}$  à l'acier.

La caractérisation des propriétés de l'alliage a été réalisée avec une méthode combinée numérique-expérimentale: une procédure expérimentale a été établie pour la fabrication et le test des éprouvettes massives en alliage pur et renforcé. Parallèlement, un modèle tridimensionnel pour l'homogénéisation des propriétés elastoplastiques a été développé. Le modèle a été utilisé à la fois dans le cadre d'une homogénéisation inverse, pour identifier les propriétés elastoplastiques des matrices métalliques dans les composites, ainsi que pour l'homogénéisation directe des propriétés des composites en fonction de la température.

Après avoir établi les procédures pour la fabrication des joints, l'activité expérimentale sur les joints a suivi deux directions principales: d'un coté les contraintes résiduelles ont été mesurées à l'aide de la technique basée sur la diffraction des rayons X, de l'autre la performance des joints a été testée au travers de tests de flexion quatre points. En outre, les microstructures ont été étudiées par microscopie optique et électronique pour comparer la microstructure des éprouvettes en alliage massif avec celle dans les joints produits. En parallèle, des modèles d'éléments finis ont été développés pour la prédiction des contraintes résiduelles et de l'état de sollicitation dans les joints pendant les tests de flexion. Finalement, différentes configurations des joints ont été comparées à l'aide d'un

modèle paramétrique.

**Mots clés:** joints céramique-métal, brasage actif, homogénéisation, contraintes résiduelles.

# Contents

<b>Contents</b>	<b>xiii</b>
<b>List of Tables</b>	<b>xvii</b>
<b>List of Figures</b>	<b>xix</b>
<b>List of Symbols</b>	<b>xxvii</b>
<b>List of Abbreviations</b>	<b>xxxii</b>
<b>1 Introduction</b>	<b>1</b>
1.1 Why Join? . . . . .	1
1.2 The State of the Art . . . . .	3
1.2.1 Basic Thermodynamics of Joint Formation . . . . .	3
1.2.2 Residual Stresses . . . . .	7
1.3 Goals and Approach . . . . .	13
1.4 Thesis Outline . . . . .	14
<b>2 Specimen Fabrication</b>	<b>17</b>
2.1 Materials . . . . .	17
2.2 The Vacuum Furnace . . . . .	19
2.3 Production of the Reinforced Filler . . . . .	19
2.3.1 Brazing Pills for Ceramic-Metal Joints . . . . .	19
2.3.2 Dogbone Specimens for Filler Characterization . . . . .	21
2.4 Fabrication of Ceramic-Metal Joints . . . . .	23
<b>3 Homogenization Model</b>	<b>27</b>
3.1 Review of Existing Models . . . . .	27
3.2 Generation of the Multi-Particle Cell . . . . .	28
3.3 Elastic Behaviour . . . . .	31
3.4 Thermoelastic Behaviour . . . . .	36

3.5	Elastoplastic Behaviour . . . . .	37
3.6	Application to Experimental Data . . . . .	42
<b>4</b>	<b>Characterization of the Braze Filler</b>	<b>47</b>
4.1	tensile Tests . . . . .	47
4.2	Microstructural Analysis . . . . .	52
4.2.1	SEM-EDX . . . . .	52
4.2.2	Stereological Analyses . . . . .	59
4.3	Inverse Homogenization . . . . .	59
4.3.1	Mixed Numerical-Experimental Identification . . . . .	60
4.3.2	Application to the Composite Filler . . . . .	65
4.4	Temperature Dependent Mechanical Properties of the Composite Filler . .	73
4.4.1	Temperature Dependent Mechanical Properties of the Filler Alloys .	73
4.4.2	Homogenization of the Composite Properties at Different Temperatures	78
<b>5</b>	<b>Characterization of Ceramic-Metal Joints</b>	<b>85</b>
5.1	Residual stress evaluation by X-ray diffraction . . . . .	85
5.1.1	Fundamental concepts in diffraction stress analysis . . . . .	86
5.1.2	The testing facility . . . . .	89
5.1.3	Results and Discussion . . . . .	92
5.2	4-Point Bend Tests . . . . .	96
5.3	Microstructural Analysis . . . . .	97
5.4	Heat Transfer Problem . . . . .	100
5.5	Thermomechanical Problem . . . . .	101
5.5.1	The Finite Element Model . . . . .	101
5.5.2	Metric of Failure . . . . .	106
5.5.3	Residual Stress Predictions . . . . .	108
5.5.4	Simulation of 4-Point Bend Tests . . . . .	117
5.6	Parametric Study . . . . .	122
5.6.1	Parametric Model . . . . .	122
5.6.2	Results and discussion . . . . .	125
<b>6</b>	<b>Summary, Conclusions and Perspectives</b>	<b>131</b>
<b>A</b>	<b>Parametric Model</b>	<b>135</b>
A.1	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> /TiN-steel . . . . .	135
A.2	Si <sub>3</sub> N <sub>4</sub> /TiN-Kovar <sup>®</sup> . . . . .	141
A.3	WC-steel . . . . .	147
A.4	WC-Kovar <sup>®</sup> . . . . .	153

A.5 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -steel . . . . .	159
A.6 Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> -Kovar <sup>®</sup> . . . . .	165
<b>Bibliography</b>	<b>173</b>
<b>Curriculum Vitæ</b>	<b>185</b>