

Effet de la température de frittage et du vieillissement
artificiel sur la microstructure et les propriétés
mécaniques de l'alliage AlSi10Mg

Par

MOHAMED KHALED TRIGUI

MÉMOIRE PAR ARTICLES PRÉSENTÉ À L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE
SUPÉRIEURE COMME EXIGENCE PARTIELLE À L'OBTENTION DE
LA MAÎTRISE AVEC MÉMOIRE EN GÉNIE MÉCANIQUE
M. Sc. A.

MONTRÉAL, LE 15 MAI 2026

ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE
UNIVERSITÉ DU QUÉBEC



Mohamed Khaled Trigui, 2026



Cette [licence Creative Commons CC BY-NC-ND 4.0](https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/) signifie qu'il est permis de diffuser, d'imprimer ou de sauvegarder sur un autre support une partie ou la totalité de cette œuvre à condition de créditer l'auteur, que ces utilisations soient faites à des fins non commerciales et que le contenu de l'œuvre n'ait pas été modifié.

PRÉSENTATION DU JURY

CE MÉMOIRE A ÉTÉ ÉVALUÉ PAR UN JURY COMPOSÉ DE :

M. Vincent Demers directeur de mémoire
Département génie mécanique à l'École de technologie supérieure

Mme Alena Kreitchberg, codirectrice de mémoire
Département génie mécanique à l'École de technologie supérieure

M. Sébastien Lalonde, président du jury
Département génie mécanique à l'École de technologie supérieure

Mme Elmira Moosavi, membre du jury
Département génie mécanique à l'École de technologie supérieure

IL A FAIT L'OBJET D'UNE SOUTENANCE DEVANT JURY ET PUBLIC

LE 12 MAI 2026

À L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE

REMERCIEMENTS

Je tiens à remercier en premier lieu mes superviseurs, M. Vincent Demers et Mme Alena Kreitchberg, pour leur encadrement, leur disponibilité et leurs précieux conseils tout au long de ce projet de maîtrise. Leur confiance et leur soutien ont contribué de manière significative à l'aboutissement de ce travail.

Mes sincères remerciements s'adressent également à M. Sébastien Lalonde et Mme Elmira Moosavi, qui ont accepté de faire partie du jury et d'évaluer mon travail.

Je remercie également le personnel du Département de génie mécanique de l'École de technologie supérieure (ÉTS) pour leur appui et leur collaboration durant cette période. Mes remerciements vont aussi aux membres du groupe LOPFA pour leur esprit d'équipe et leur entraide.

Je tiens également à remercier le Conseil national de recherches du Canada (CNRC) ainsi que le programme Mitacs pour le soutien financier accordé, qui a permis la réalisation de ce projet dans de bonnes conditions. Je remercie également le consortium industriel de recherche METALTec du CNRC pour avoir initié ce projet.

Enfin, ma profonde gratitude va à mes parents et à mes deux sœurs qui, malgré la distance, m'ont toujours soutenu et encouragé tout au long de ce parcours.

Effet de la température de frittage et du vieillissement artificiel sur la microstructure et les propriétés mécaniques de l'alliage AlSi10Mg

MOHAMED KHALED TRIGUI

RÉSUMÉ

Ce projet a été initié dans le cadre du consortium industriel de recherche et développement METALTec, associé au Conseil national de recherches du Canada (CNRC), en collaboration avec les partenaires industriels AP&C et Dana Incorporated, avec pour objectif d'étudier la frittabilité des alliages d'aluminium dans une perspective d'application industrielle. Le présent mémoire analyse l'évolution des phases en fonction de la température de frittage ainsi que le comportement mécanique de l'alliage AlSi10Mg avant et après vieillissement artificiel. Des poudres d'aluminium, compactées, ont été frittées sous atmosphère d'azote à 571, 575 et 579 °C, avec des vitesses de chauffage de 0.5 et 3 °C/min, incluant un palier de 2 h à la température de frittage. Le refroidissement a été effectué à 5 °C/min. Ces conditions correspondent à la fenêtre thermique assurant la densification maximale.

À 571 °C, la microstructure présente des grains fins d' α -Al et des particules de Si globulaires uniformément réparties. À 575 °C, une croissance des grains et un grossissement du Si sont observés. À 579 °C, l'excès de phase liquide favorise un fort grossissement des grains d' α -Al et la formation de réseaux partiellement interconnectés de Si. Les intermétalliques β -Al₃FeSi s'allongent et grossissent avec l'augmentation de la température.

À l'état fritté, la dureté montre une corrélation inverse avec la taille des grains d' α -Al ainsi qu'avec la taille et la distribution des particules de Si. Après vieillissement artificiel, la dureté, et la résistance ultime à la traction ont pratiquement doublé, tandis que l'allongement à la rupture diminue légèrement, malgré l'absence de modification de la taille des grains d' α -Al et de la morphologie du Si. Une transformation partielle des phases riches en fer vers la phase plus stable γ -Al₃FeSi₂ est également mise en évidence.

Mots-clés : Alliage AlSi10Mg ; aluminium ; frittage supersolidus en phase liquide ; taille de grain α -Al ; morphologie du silicium ; intermétalliques riches en fer ; précipitation Mg₂Si.

Effect of Sintering Temperature and artificial aging on the Microstructure and Mechanical Properties of AlSi10Mg Alloy

MOHAMED KHALED TRIGUI

ABSTRACT

This project was initiated within the framework of the METALTec industrial research and development consortium, associated with the National Research Council Canada (NRC), in collaboration with the industrial partners AP&C and Dana Incorporated, with the objective of investigating the sinterability of aluminum alloys from an industrial application perspective. This thesis analyzes the evolution of phases as a function of sintering temperature, as well as the mechanical behavior of the AlSi10Mg alloy before and after artificial aging. Compacted AlSi10Mg powders were sintered under a nitrogen atmosphere at 571, 575, and 579 °C, using heating rates of 0.5 and 3 °C/min, with a 2 h holding time at the sintering temperature, followed by cooling at 5 °C/min. These conditions correspond to the thermal window ensuring maximum densification.

At 571 °C, the microstructure is characterized by fine α -Al grains and uniformly distributed globular Si particles. At 575 °C, grain growth and Si coarsening are observed. At 579 °C, the excess liquid phase promotes significant α -Al grain coarsening, the formation of partially interconnected Si networks, and the elongation and coarsening of β -Al₃FeSi intermetallics.

In the as-sintered condition, hardness shows an inverse correlation with α -Al grain size as well as with the size and distribution of Si particles. After artificial aging, hardness and ultimate tensile strength nearly doubled, while elongation at fracture decreased slightly, despite the absence of significant changes in α -Al grain size and Si morphology. A partial transformation of Fe-rich phases toward the more thermodynamically stable γ -Al₃FeSi₂ phase was also observed.

Keywords: AlSi10Mg alloy; aluminum; supersolidus liquid phase sintering; α -Al grain size; silicon morphology; Fe-rich intermetallics; Mg₂Si precipitation.

TABLE DES MATIÈRES

	Page
INTRODUCTION ET CONTEXTE DU PROJET	1
CHAPITRE 1 REVUE DE LA LITTÉRATURE	3
1.1 Métallurgie des poudres	3
1.1.1 L'aluminium et ses alliages en métallurgie des poudres	4
1.1.2 Étapes du procédé de métallurgie des poudres	5
1.2 Production des poudres d'aluminium	6
1.2.1 Atomisation à l'eau	7
1.2.2 Atomisation au gaz	8
1.2.3 Atomisation au plasma	9
1.3 Compactage des poudres d'aluminium	11
1.3.1 Techniques de compactage à froid	12
1.3.2 Effet du matériau et de la morphologie des poudres sur la densité verte	13
1.3.3 Effet de la technique de compactage sur la densité verte	14
1.3.4 Effet de la friction matrice-poudre d'aluminium sur la densité verte	15
1.4 Frittage des poudres d'aluminium	16
1.4.1 Frittage en phase liquide supersolidus	20
1.4.2 Effet de la taille des poudres et des grains sur la densification	22
1.4.3 Mécanismes de distorsion et stabilité dimensionnelle	23
1.4.4 Effet de la température de frittage supersolidus	24
1.5 Propriétés mécaniques et traitements thermiques	26
CHAPITRE 2 PROBLÉMATIQUE ET OBJECTIFS	31
2.1 Problématique de recherche	31
2.2 Objectifs de recherche	31
CHAPITRE 3 MÉTHODOLOGIE ET EXPÉRIMENTATION	33
3.1 Caractérisation de la poudre	33
3.2 Compactage uniaxe	35
3.3 Frittage	36
3.4 Propriétés physiques	37

3.5	Propriétés microstructurales.....	37
3.5.1	Identification et quantification des phases	37
3.5.2	Caractérisation microstructurale	39
3.6	Propriétés mécaniques	42
3.7	Avant-propos du chapitre 4.....	43
CHAPITRE 4 EFFECT OF SINTERING TEMPERATURE AND ARTIFICIAL AGING ON THE MICROSTRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF AlSi10Mg ALLOY		45
4.1	Abstract.....	45
4.2	Introduction.....	46
4.3	Materials and methods	48
4.3.1	Powder.....	48
4.3.2	Sintering and heat treatment.....	49
4.3.3	Metallographic characterization.....	51
4.4	Results and discussion	53
4.4.1	Phase analyses	53
4.4.2	Metallographic analyses.....	57
4.4.3	Mechanical properties	66
4.5	Conclusions.....	69
CONCLUSION.....		71
RECOMMANDATIONS		73
BIBLIOGRAPHIE.....		75

LISTE DES TABLEAUX

	Page
Tableau 1.1	Influence des traitements thermiques (T2, T3, T4, T6) sur les propriétés mécaniques de l'alliage fritté Al-2.3Cu-1.5Mg-0.5Sn.28
Tableau 3.1	Distribution granulométrique de l'alliage AlSi10Mg 34
Tableau 3.2	Paramètres de quantification (méthode RIR) 38
Tableau 4.1	Chemical composition of the AlSi10Mg powder (wt. %) 49
Tableau 4.2	Quantitative phase volume fractions (vol. %) 56
Tableau 4.3	EDS analysis..... 63
Tableau 4.4	Equivalent diameter and average grain size 66

LISTE DES FIGURES

	Page
Figure 1.1	Comparaison de la métallurgie des poudres et des procédés conventionnels5
Figure 1.2	Procédé conventionnel de métallurgie des poudres..... 6
Figure 1.3	Principaux procédés d'atomisation (a) atomisation à l'eau ; (b) atomisation au gaz et (d) atomisation au plasma.....7
Figure 1.4	Morphologie des poudres d'alliage d'aluminium atomisées à l'eau : (a) faible grossissement et (b) fort grossissement 8
Figure 1.5	Morphologie des poudres AlSi10Mg atomisées au gaz9
Figure 1.6	Morphologie des poudres AlSi10Mg atomisées au plasma : (a) faible grossissement et (b) fort grossissement 10
Figure 1.7	Effet de la forme des particules d'alumine sur la densification 11
Figure 1.8	Principaux procédés de compactage à froid : (a) compactage uniaxe et (b) compactage isostatique à froid (CIP)..... 12
Figure 1.9	Influence de la nature du matériau sur la densité verte 13
Figure 1.10	Évolution de la densité verte en fonction de la pression de compactage pour les alliages (a) PM2324 et (b) PM7075..... 15
Figure 1.11	Distribution de la pression dans des poudres d'aluminium lors du compactage uniaxe avec et sans friction aux parois, pour des vitesses faibles et élevées 16
Figure 1.12	Mécanismes de diffusion intervenant lors du frittage en phase solide 18
Figure 1.13	Cinétique de densification lors du frittage en phase liquide traditionnel..... 19
Figure 1.14	Effet de l'additif Al-X (Cu, Ca, Mg) sur la formation de la phase liquide et la densification (a) Al-Cu et (b) Al-Ca et (c) Al-Mg..... 20
Figure 1.15	(a) Diagramme de phases de l'alliage Al-xSi-0,35Mg et (b) évolution de la température en fonction de la fraction solide pour l'alliage Al-9.9Si-0.35Mg selon le modèle de Scheil-Gulliver 21

Figure 1.16	Mécanismes de densification lors du frittage supersolidus en phase liquide	22
Figure 1.17	Influence de la température de frittage supersolidus des alliages Al ₂ O ₃ et Al ₂ O ₃ + 0,1 % Sn. sur (a) la densification et (b) la croissance granulaire	25
Figure 1.18	Évolution microstructurale en fonction de la température de frittage de l'alliage Al-15Si-2,5Cu-0,5Mg : (a) 500 °C ; (b) 555 °C et (c) 563 °C ..	26
Figure 3.1	Schéma décrivant la méthodologie expérimentale	33
Figure 3.2	(a) Analyseur granulométrique laser Beckman Coulter LS 13-320 et (b) MEB Hitachi S-3600N pour l'observation des particules	34
Figure 3.3	(a) Appareil de calorimétrie différentielle à balayage (DSC) Perkin Elmer Pyris 1 et (b) Thermogramme DSC de la poudre AlSi10Mg	35
Figure 3.4	(a) Dispositif de compactage uniaxe et (b) schéma en coupe transversale	35
Figure 3.5	Four tubulaire Lindberg (Model 54579).....	36
Figure 3.6	(a) micrographie initiale ; (b) segmentation des pores et (c) image binaire utilisée pour le calcul de la fraction surfacique	37
Figure 3.7	(a) Microscope optique numérique Keyence VHX-7000 ; (b) micrographie initiale ; (c) Segmentation de la phase Si et (d) Microscope électronique à balayage (MEB) Hitachi TM3000	40
Figure 3.8	(a) Microscope électronique à balayage Hitachi SU-70 ; (b) Carte EBSD ; (c) Transformation binaire après traitement d'image ; (d) Identification des joints de grains à l'aide de l'algorithme de watershed et (e) Application de la méthode ASTM E112	41
Figure 3.9	(a) Dispositif de frittage des échantillons rectangulaires ; (b) machine universelle Instron 100 kN et (c) duromètre DuraVista-40	43
Figure 4.1	(a) SEM morphology of AlSi10Mg powder, (b) particle size distribution.....	49
Figure 4.2	Experimental setup for the sintering process, (b-c) temperature profiles for sintering performed at 571, 575, and 579 °C, and (d-f) dense cylindrical samples after sintering.....	51
Figure 4.3	Subsize tensile specimen geometry	53

Figure 4.4	XRD patterns of the AlSi10Mg powder and sintered samples ($T_s = 571, 575, \text{ and } 579 \text{ }^\circ\text{C}$) in the as-sintered or aged conditions: (a) full diffraction profiles in the $10\text{--}85^\circ 2\theta$ range; (b) enlarged view of the $15\text{--}55^\circ$ region 55
Figure 4.5	Typical optical micrographs of (a) powder and samples sintered at $571, 575 \text{ and } 579 \text{ }^\circ\text{C}$ in the (b-d) as-sintered or (e-g) aged conditions 58
Figure 4.6	Size distributions of Si particles in samples sintered at $571, 575 \text{ and } 579 \text{ }^\circ\text{C}$ in the (a-c) as-sintered or (d-f) aged conditions 59
Figure 4.7	High-magnification SEM micrographs (a) powder, and samples sintered at $571, 575 \text{ and } 579 \text{ }^\circ\text{C}$ in the (b-d) as-sintered or (e-g) aged conditions 61
Figure 4.8	Low - and high-magnification SEM images of the samples sintered at $571, 575 \text{ and } 579 \text{ }^\circ\text{C}$ in the (a-c) as-sintered or (d-f) aged conditions 62
Figure 4.9	Optical micrographs and representative EBSD inverse pole figure maps of the samples sintered at $571, 575 \text{ and } 579 \text{ }^\circ\text{C}$ in the (a-f) as-sintered or (g-l) aged conditions 65
Figure 4.10	Mechanical properties of samples sintered at $575 \text{ }^\circ\text{C}$: (a) hardness and ultimate tensile strength; (b) typical tensile stress–strain curves 68

LISTE DES ABRÉVIATIONS, SIGLES ET ACRONYMES

PM	Métallurgie des poudres (Powder Metallurgy)
SLPS	Frittage supersolidus en phase liquide (Supersolidus Liquid Phase Sintering)
LPS	Frittage en phase liquide (Liquid Phase Sintering)
SSS	Frittage à l'état solide (Solid-State Sintering)
LPBF	Fusion laser sur lit de poudre (Laser Powder Bed Fusion)
MIM	Moulage par injection de poudres métalliques (Metal Injection Molding)
MEX	Fabrication par extrusion de matériau (Material Extrusion)
MEB	Microscopie électronique à balayage (Scanning Electron Microscopy)
EDS	Spectroscopie par dispersion d'énergie (Energy Dispersive Spectroscopy)
XRD	Diffraction des rayons X (X-ray Diffraction)
EBSD	Diffraction des électrons rétrodiffusés (Electron Backscatter Diffraction)
DSC	Calorimétrie différentielle à balayage (Differential Scanning Calorimetry)
RIR	Rapport d'intensité de référence (Reference Intensity Ratio)
HV	Dureté Vickers (Vickers Hardness)
UTS	Résistance à la traction ultime (Ultimate Tensile Strength)
PSD	Distribution granulométrique (Particle Size Distribution)
D10	Diamètre à 10 % cumulatif
D50	Diamètre médian
D90	Diamètre à 90 % cumulatif
α -Al	Phase aluminium alpha
Mg ₂ Si	Siliciure de magnésium
AlN	Nitride d'aluminium
Si	Silicium
β -Al ₃ FeSi	Phase intermétallique riche en fer
γ -Al ₃ FeSi ₂	Phase intermétallique riche en fer

LISTE DES SYMBOLES ET UNITÉS DE MESURE

Symbole	Désignation	Unité
a	Paramètre de maille de la phase α -Al	Å
β	Largeur à mi-hauteur du pic de diffraction	rad
θ	Angle de diffraction	°
λ	Longueur d'onde des rayons X (Cu K α)	nm
d	Espacement interréticulaire	nm
I_i	Intensité intégrée du pic de la phase i	—
RIR_i	Rapport d'intensité de référence de la phase i	—
hkl	Indices de Miller	—
$\%surf$	Fraction surfacique	%
N	Nombre d'intercepts	—
M	Facteur de grossissement	—
\bar{L}_{Al}	Longueur moyenne d'interception des grains α -Al	μm
G	Numéro de taille de grain	
w_i	Fraction massique de la phase i	%
ρ	Masse volumique mesurée	g/cm^3
ρ_{rel}	Densité relative	%
D_{eq}	Diamètre équivalent des grains	μm
d	Taille moyenne des grains	μm
σ	Contrainte	MPa
UTS	Résistance à la traction ultime	MPa
HV	Dureté Vickers	—
F	Charge appliquée	N
t	Temps	s
T	Température	°C

INTRODUCTION ET CONTEXTE DU PROJET

Le présent mémoire constitue la synthèse des travaux réalisés dans le cadre d'un projet de maîtrise mené au sein du Laboratoire d'Optimisation des Procédés de Fabrication Avancés (LOPFA) à l'École de technologie supérieure (ÉTS), à Montréal (Québec, Canada). Ce projet s'inscrit dans un contexte de collaboration entre le milieu académique, la recherche appliquée et l'industrie. Il a été initié dans le cadre du consortium industriel de recherche et développement METALTec, associé au Conseil national de recherches du Canada (CNRC), dont l'objectif est de soutenir le développement de procédés de fabrication en réponse aux besoins industriels. Le projet a ainsi bénéficié de l'implication de deux partenaires industriels : AP&C, fournisseur canadien de poudres métalliques destinées à la fabrication additive et à la métallurgie des poudres, ainsi que Dana Incorporated, entreprise active dans le secteur automobile. Ce partenariat visait à explorer le potentiel du prototypage de composants métalliques à partir de poudres d'aluminium, en vue du développement de pièces présentant des propriétés adaptées aux exigences industrielles. Le projet avait pour objectif de démontrer la frittabilité des alliages d'aluminium tout en assurant le maintien de la stabilité dimensionnelle des pièces après frittage. Il a été divisé en trois volets, répartis entre différents étudiants. Le premier portait sur l'analyse du comportement rhéologique du mélange destiné à la mise en forme. Le deuxième concernait l'étude du frittage de géométries complexes fabriquées par extrusion de matière (MEX). Enfin, le troisième volet, dans lequel s'inscrit le présent mémoire, porte sur l'étude métallographique et la caractérisation des pièces simples après frittage.

Cette étude vise à déterminer l'influence de la température de frittage supersolidus de l'alliage AlSi10Mg sur la densification et l'évolution des phases, ainsi qu'à évaluer la corrélation entre ces évolutions et les propriétés mécaniques, avant et après vieillissement artificiel. L'alliage AlSi10Mg, largement utilisé dans les secteurs de l'aéronautique et de l'automobile, présente un fort potentiel pour l'élaboration, par métallurgie des poudres, de pièces denses dotées de bonnes propriétés mécaniques, à condition d'une maîtrise précise des paramètres de ce procédé. Dans le cadre de cette étude, le procédé de métallurgie des poudres repose initialement sur une mise en forme par compactage uniaxe à froid, suivie d'un frittage à des températures

supérieures au solidus de l'alliage, favorisant l'apparition d'une fraction liquide transitoire. Cette fraction joue un rôle important dans la densification des pièces, la redistribution du silicium, la transformation des phases intermétalliques riches en fer et l'évolution de la taille des grains d'aluminium, laquelle dépend elle-même de la température de frittage. Enfin, un traitement thermique de vieillissement est appliqué afin d'évaluer son effet sur la microstructure et les propriétés mécaniques. L'influence de la température de frittage et du traitement thermique est analysée en relation avec la microstructure et les propriétés mécaniques obtenues. La caractérisation microstructurale est réalisée à l'aide de différentes techniques expérimentales, incluant la diffraction des rayons X (DRX), la microscopie optique, la microscopie électronique à balayage (MEB) et l'analyse EBSD.

Le premier chapitre de ce mémoire est consacré à une revue de la littérature sur la métallurgie des poudres de l'aluminium. Il présente une revue des étapes essentielles du procédé, notamment la préparation des poudres, les différentes techniques de mise en forme, les types de frittage et les traitements thermiques, ainsi que leur influence sur la densification, la microstructure et les propriétés mécaniques. Cette revue conduit à la formulation de la problématique et des objectifs de l'étude, développés dans le deuxième chapitre. Le troisième chapitre expose la méthodologie expérimentale adoptée, incluant la description du procédé de compactage et de frittage, les conditions opératoires, la préparation des échantillons ainsi que les techniques de caractérisation physique, microstructurale et mécanique. Enfin, le quatrième chapitre présente un article scientifique soumis à la revue *Materials Science and Engineering A*.

CHAPITRE 1

REVUE DE LA LITTÉRATURE

Ce chapitre présente une analyse de la littérature portant sur la métallurgie des poudres d'aluminium. Il débute par un rappel des principes fondamentaux de la métallurgie des poudres, suivi d'une description détaillée des principales étapes du procédé, notamment la préparation et la caractérisation des poudres, les techniques de compactage à froid, ainsi que les différents types et mécanismes de frittage, avec une attention particulière portée au frittage supersolidus en phase liquide (SLPS). Le chapitre aborde également l'étape finale de durcissement par traitements thermiques et analyse leur influence sur les propriétés mécaniques des alliages d'aluminium frittés.

1.1 Métallurgie des poudres

La métallurgie des poudres (P/M) repose sur l'utilisation de poudres métalliques comme matière première pour produire des pièces denses aux propriétés mécaniques contrôlées, sans passage par une fusion complète du matériau. Au Canada, le marché de la métallurgie des poudres est estimé à environ 124 millions de dollars canadiens en 2024 et devrait atteindre près de 198 millions de dollars canadiens d'ici 2032 (« Canada Powder Metallurgy Market Size, Share and Forecast 2032 », 2024). Sur le marché européen, le chiffre d'affaires annuel de ce secteur dépasse 8.8 milliards de dollars canadiens, tandis qu'à l'échelle mondiale la production de poudres métalliques excède un million de tonnes par an (Beştekin, 2020), ce qui témoigne de l'importance industrielle croissante de ce procédé. Dans le cadre de ce chapitre, une attention particulière sera portée à la métallurgie des poudres, spécifiquement aux alliages d'aluminium, en raison de leur potentiel pour la fabrication de composants denses présentant de bonnes propriétés mécaniques.

1.1.1 L'aluminium et ses alliages en métallurgie des poudres

Grâce à son abondance naturelle, l'aluminium constitue le métal le plus répandu de la croûte terrestre et figure parmi les éléments les plus présents après l'oxygène et le silicium (Brough & Jouhara, 2020). Ses propriétés intrinsèques, telles qu'une faible densité, une conductivité thermique et électrique élevée ainsi qu'un faible coefficient de dilatation thermique, expliquent son utilisation étendue dans les industries automobile et aéronautique. Dans le cadre de la métallurgie des poudres, les alliages d'aluminium sont employés pour la fabrication de composants fonctionnels, notamment des poulies, des guides de tiges, des pistons d'amortisseurs, des paliers d'arbres à cames et des étriers de frein (Ghio & Cerri, 2022 ; Ramavajjala et al., 2024). Au niveau microstructural, la métallurgie des poudres des alliages d'aluminium permet d'obtenir des microstructures fines, homogènes et globalement isotropes que celles issues des procédés de moulage ou de fabrication additive. En évitant la fusion complète et la solidification directionnelle, la métallurgie des poudres limite la ségrégation chimique, réduit la formation de structures dendritiques et favorise une distribution plus uniforme des phases secondaires et des éléments d'alliage, conduisant ainsi à une meilleure stabilité microstructurale (Danninger, Gierl-mayer, & Strobl, 2013).

Historiquement, l'aluminium en métallurgie des poudres ne s'est développée qu'à partir des années 1960, principalement en raison de contraintes liées à la forte affinité de l'aluminium pour l'oxygène, conduisant à la formation d'une couche d'oxyde à la surface des particules. Les progrès réalisés dans les technologies d'atomisation ont toutefois permis la production de poudres fines et homogènes présentant une faible teneur en oxydes de surface, condition indispensable à l'obtention d'un frittage efficace (Judge & Kipouros, 2019). Ces avancées technologiques ont constitué un prérequis essentiel à l'essor industriel de la métallurgie des poudres de l'aluminium, en rendant ce procédé compétitif face aux routes de fabrication conventionnelles. Cette compétitivité est illustrée dans la Figure 1.1, qui compare la métallurgie des poudres aux autres procédés en termes de pertes de matière, d'utilisation de la matière première et de consommation énergétique. Ce procédé se distingue par la plus faible perte de matière, de l'ordre de 5 %, ainsi que par une utilisation élevée de la matière première, atteignant près de 80 %, grâce à sa capacité à produire des pièces proches de la forme finale

(*near-net shape*). Contrairement aux procédés d'usinage, caractérisés par un enlèvement important de matière ($\approx 50\%$ de pertes), ou aux procédés de forgeage et de moulage nécessitant des opérations de finition conséquentes, la métallurgie des poudres permet de limiter les pertes associées aux étapes post-fabrication. De plus, cette forte utilisation de la matière première, combinée à l'absence de fusion complète du matériau, contribue à réduire la consommation énergétique, qui se situe autour de 25 MJ/kg pour la métallurgie des poudres, contre environ 85 MJ/kg pour l'usinage, 40 MJ/kg pour le moulage et l'extrusion, et près de 50 MJ/kg pour le forgeage (Sharma et al., 2025).

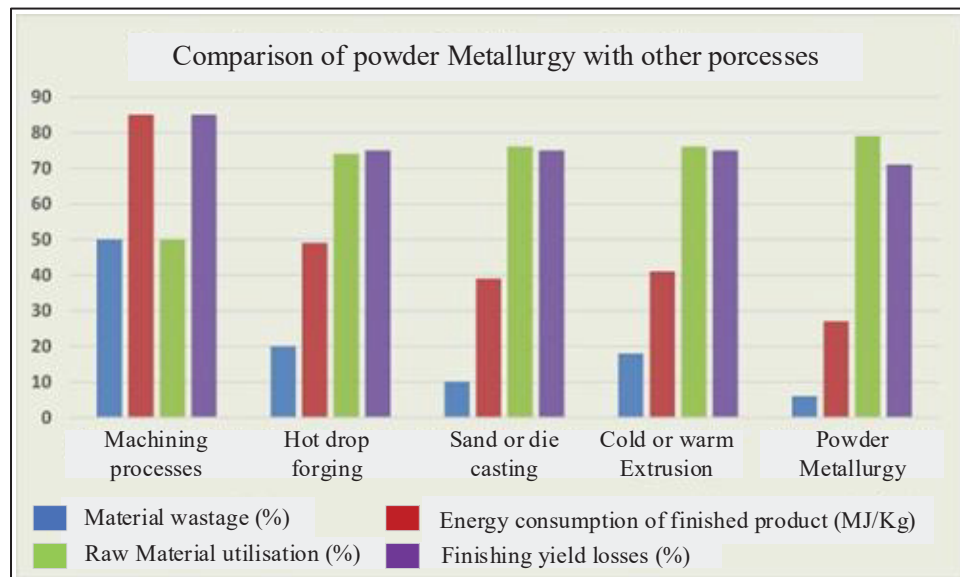


Figure 1.1 Comparaison de la métallurgie des poudres et des procédés conventionnels

Tirée de Sharma et al. (2025)

1.1.2 Étapes du procédé de métallurgie des poudres

Le procédé de métallurgie des poudres se compose généralement de quatre étapes principales, illustrées à la Figure 1.2. La première étape concerne la production de la poudre, visant à obtenir des particules aux caractéristiques contrôlées, notamment en termes de morphologie, de taille et de pureté. La seconde étape correspond au mélange et à l'homogénéisation des poudres, cette étape est indispensable lorsque des liants ou des éléments d'alliage sont utilisés, afin d'assurer une distribution uniforme des constituants et des additifs. La troisième étape correspond à la mise en forme de la pièce, qui peut être réalisée soit par compactage mécanique,

au cours duquel les poudres sont pressées à froid ou à chaud afin d'obtenir une pièce dite « verte », soit par des procédés dérivés tels que le moulage par injection de poudres métalliques (MIM). Dans ce cas, la mise en forme repose sur l'injection d'un mélange poudre-liant, lequel nécessite une étape ultérieure de déliantage destinée à extraire le liant. Enfin, le frittage consiste à chauffer la pièce verte sous atmosphère contrôlée afin de favoriser la réduction de la porosité et la consolidation de la structure métallique, suivi d'un traitement thermique d'amélioration mécanique. (Chua, 2014 ; Judge & Kipouros, 2019 ; Popovich & Sufiarov, 2016).

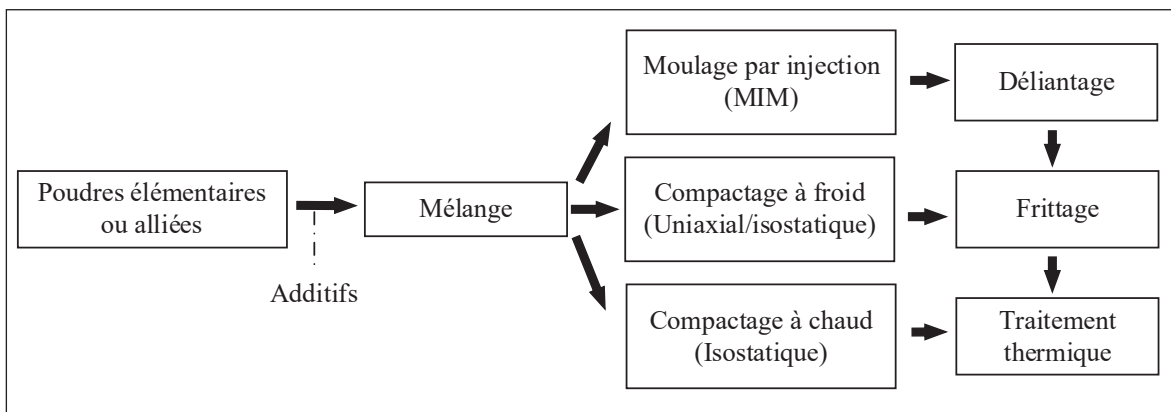


Figure 1.2 Procédé conventionnel de métallurgie des poudres

Étant donné que notre projet s'inscrit dans une démarche de fabrication par compactage à froid puis frittage à partir d'un alliage préallié d'aluminium AlSi10Mg, sans recours à un additif, la suite de ce chapitre est consacrée à une revue des différents procédés de production des poudres d'aluminium, aux techniques de mise en forme par compactage à froid, ainsi qu'aux divers modes de frittage et à l'influence des traitements thermiques sur les propriétés des pièces frittées en aluminium.

1.2 Production des poudres d'aluminium

L'atomisation constitue aujourd'hui la méthode la plus largement utilisée pour la production industrielle de poudres d'aluminium. On distingue trois techniques principales de production de poudres d'aluminium, présentées dans la Figure 1.3, Chacune se caractérise par des conditions de solidification et des morphologies de particules différentes (Yu et al., 2025). Les premières applications industrielles reposaient principalement sur l'atomisation à l'eau (Figure

1.3a), un procédé permettant d'obtenir des poudres fines, mais favorisant une oxydation importante de la surface des particules en raison du contact direct entre l'aluminium fondu et le milieu aqueux (Neikov, Vasilieva, Sameljuk, & Krajnikov, 2004). Cette limitation a conduit au développement de solutions alternatives, telles que l'atomisation au gaz (Figure 1.3b), reposant sur la fragmentation de l'aluminium fondu par un jet de gaz inerte et l'atomisation au plasma (Figure 1.3c), basée sur l'utilisation d'un plasma à haute température. Ces procédés permettent de réduire la formation d'oxydes de surface et d'améliorer la qualité métallurgique des poudres (Marinucci, Aversa, Manfredi, Lombardi, & Fino, 2022).

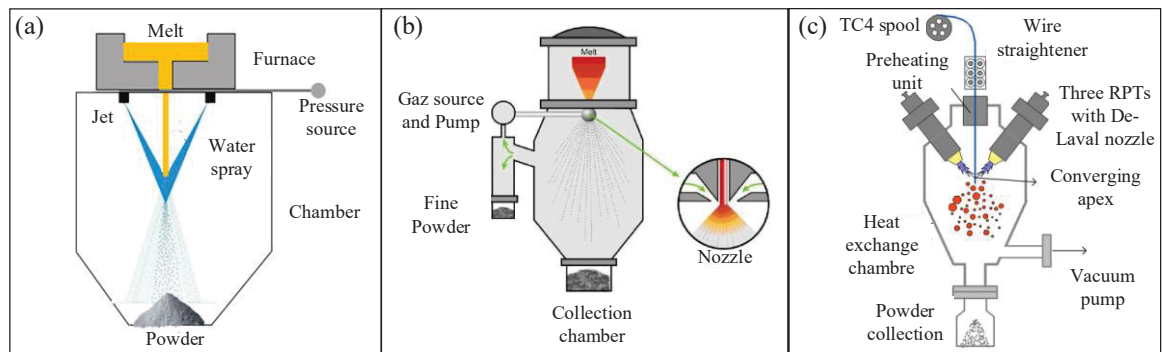


Figure 1.3 Principaux procédés d'atomisation (a) atomisation à l'eau ; (b) atomisation au gaz et (d) atomisation au plasma

Tirée de Kim, Lee, Kim, & Lee (2016), Matsagopane, Olakanmi, Botes, & Kutua (2019) et Soong, Lai, & Kay Lup (2023)

1.2.1 Atomisation à l'eau

Krajnikova et al. ont étudié la morphologie et l'état d'oxydation de poudres d'un alliage d'aluminium Al-Mg-Cu-Si produites par atomisation à l'eau. La morphologie des particules a été analysée par microscopie électronique à balayage (SEM), tandis que la chimie de surface a été caractérisée par spectroscopie Auger (AES). Les observations SEM montrent que les particules présentent une forme irrégulière et une surface fortement rugueuse et fissurée, comme illustré dans la Figure 1.4. L'analyse AES révèle que l'oxydation de surface est fortement hétérogène : une fraction de la surface (environ 70 %) est recouverte par des îlots d'oxyde épais, de l'ordre de 20 à 100 nm, tandis que le reste de la surface est protégé par un film d'oxyde mince et continu (≈ 0.8 à 2 nm). Les auteurs montrent également que

l'augmentation de la pression d'atomisation de l'eau permet de réduire le degré global d'oxydation des poudres (Krajnikov, Gastel, Ortner, & Likutin, 2002).

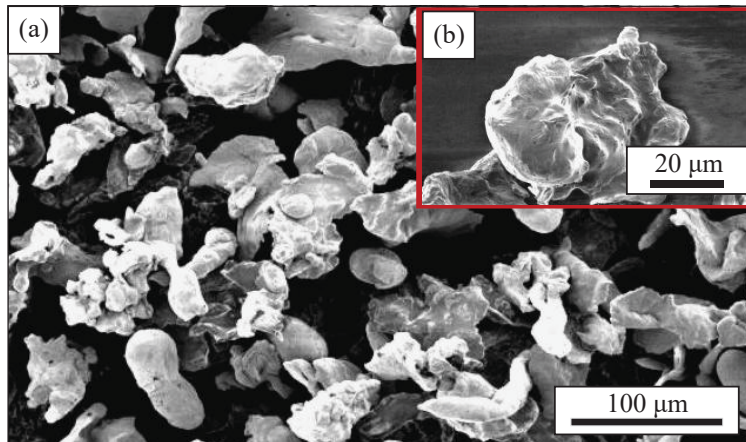


Figure 1.4 Morphologie des poudres d'alliage d'aluminium atomisées à l'eau : (a) faible grossissement et (b) fort grossissement

Tirée de Krajnikov et al. (2002)

La couche d'oxyde relativement épaisse formée sur les poudres d'aluminium atomisées à l'eau contient une quantité importante d'eau adsorbée (H_2O). Lors du chauffage, cette eau se décompose et peut réagir avec l'aluminium, conduisant à la formation de gaz hydrogène (H_2) à l'interface entre la particule métallique et sa couche d'oxyde. La présence de ce gaz constitue un obstacle supplémentaire à la densification. Dans les procédés de consolidation basés sur un chauffage externe, l'évacuation du H_2 demeure lente et la couche d'oxyde reste intacte, ce qui limite l'efficacité de frittage (Nagae et al., 2002).

1.2.2 Atomisation au gaz

L'atomisation au gaz constitue aujourd'hui la méthode la plus répandue pour la production de poudres d'aluminium et de ses alliages, en raison de l'excellent compromis qu'elle offre entre pureté chimique et morphologie globalement sphérique (Gobber, Pennacchio, Fracchia, & Actis Grande, 2025). Ernst et al. ont étudié l'état de surface de poudres d'alliage d'aluminium Al6061 produites par atomisation au gaz sous argon. Les observations SEM montrent que les particules présentent une morphologie quasi sphérique, comme illustré dans la Figure 1.5. Les analyses de surface révèlent que l'oxydation est limitée à un film d'oxyde mince, continu et

homogène, avec une épaisseur moyenne d'environ 5 nm. Ce film est majoritairement constitué d'oxyde d'aluminium amorphe, mais présente une stratification chimique, caractérisée par un enrichissement en magnésium oxydé dans les premiers nanomètres de surface, suivi d'une sous-couche interne plus pauvre en Mg (Ernst et al., 2020). Toutefois, la qualité des poudres d'aluminium issues de l'atomisation au gaz dépend étroitement des paramètres opératoires du procédé, notamment le diamètre d'écoulement du métal fondu, la pression du gaz atomisant et la température de surchauffe de l'alliage. La diminution du diamètre d'écoulement, combinée à l'augmentation de la pression du gaz, améliore l'efficacité de fragmentation du jet métallique, conduisant à une réduction de la taille moyenne des particules. Par ailleurs, une surchauffe excessive peut accentuer les phénomènes d'oxydation et dégrader l'état de surface des poudres (Ding et al., 2015 ; Tsirlis & Michailidis, 2020). Malgré ces avantages, l'atomisation au gaz reste un procédé coûteux en raison de la consommation élevée de gaz comprimé et de la perte de rendement liée à la fraction fine.

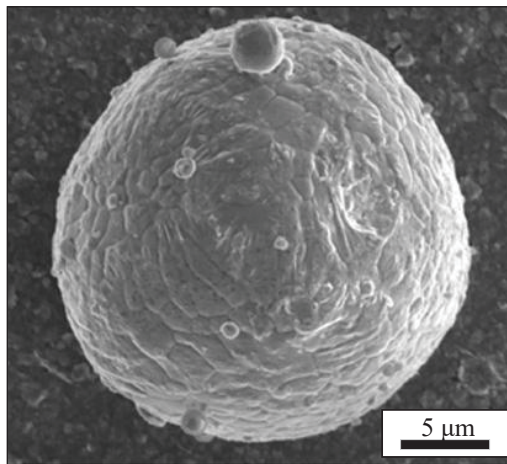


Figure 1.5 Morphologie des poudres AlSi10Mg atomisées au gaz
Tirée de Ernst et al. (2020)

1.2.3 Atomisation au plasma

L'atomisation au plasma repose sur l'utilisation de jets de plasma convergents permettant de fondre et d'atomiser simultanément un fil d'aluminium en fines gouttelettes, lesquelles se solidifient rapidement en vol sous des vitesses de refroidissement élevées, de l'ordre de 10^4 à 10^6 $\text{K}\cdot\text{s}^{-1}$, conduisant à la formation de particules hautement sphériques (Figure 1.6). Lors de

ce procédé, la couche d'oxyde native de l'aluminium n'est pas totalement éliminée, mais son épaisseur demeure de l'ordre de 5 nm. (X. Lin, Lin, Xu, Chen, & Xu, 2024).

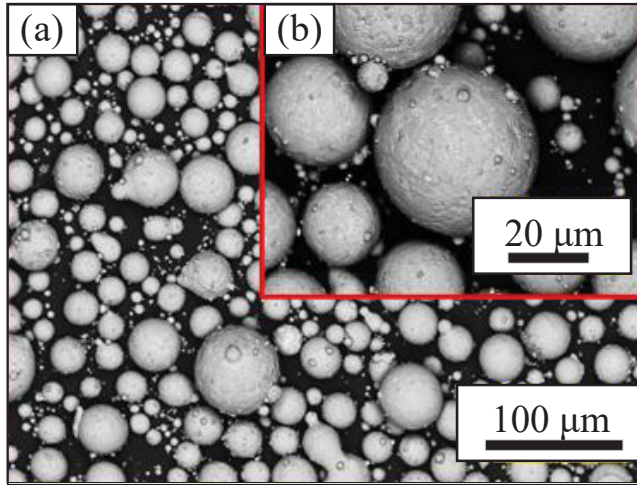


Figure 1.6 Morphologie des poudres AlSi10Mg atomisées au plasma : (a) faible grossissement et (b) fort grossissement

Tirée de Chakraborty, Martin, & Habibnejad-Korayem. (2025)

La morphologie sphérique des particules, obtenue par atomisation au gaz ou au plasma, favorise une meilleure densification lors du frittage. Back et al. ont étudié l'influence de particules d'alumine sphériques, plates et allongées sur le comportement au frittage en phase solide. Comme illustré à la Figure 1.7, les poudres sphériques présentent la densification la plus élevée, atteignant environ 98 % à 1600 °C. En comparaison, les particules en forme allongée atteignent environ 94 % malgré une densité initiale plus faible, tandis que les particules plates ne dépassent pas 70 % de densification relative. (Back, Schaeffer, & Gaio, 2021).

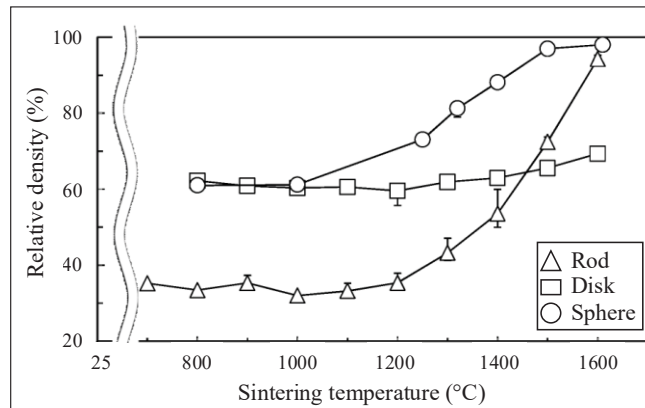


Figure 1.7 Effet de la forme des particules d'alumine sur la densification

Adaptée de Back et al. (2021)

1.3 Compactage des poudres d'aluminium

Le compactage est une opération mécanique au cours de laquelle une pression est appliquée à une poudre métallique afin d'améliorer les contacts entre particules. Il conduit à la formation d'une pièce, appelée pièce verte, avant l'étape de frittage. (Al Njjar, Mazloun, & Sata, 2024). Lors du compactage, les particules subissent plusieurs mécanismes successifs. Dans un premier temps, un réarrangement initial a lieu, au cours duquel les particules glissent et s'orientent sous l'effet de la pression appliquée. Ensuite, une déformation plastique se produit, pouvant s'accompagner de l'aplatissement des zones de contact, de l'augmentation de la surface de contact et d'une réduction progressive des vides interparticulaires. Enfin, un soudage à froid s'établit au niveau des zones de contact, assurant la cohésion mécanique du compact. (Iqbal, Lim, & Nuruzzaman, 2017). En métallurgie des poudres, on distingue deux types de compactage : le compactage à froid et le compactage à chaud. Le compactage à froid est réalisé à température ambiante. À l'inverse, le compactage à chaud combine l'application de pression et une température élevée, ce qui favorise simultanément la densification et la diffusion (Cingöz et al., 2026). Dans le cadre de ce travail, l'accent sera mis sur le procédé de compactage à froid.

1.3.1 Techniques de compactage à froid

Le compactage à froid constitue l'un des procédés de mise en forme en métallurgie des poudres. Il comprend deux techniques : le compactage uniaxe et le compactage isostatique, comme illustré à la Figure 1.8, chacune répondant à des besoins spécifiques en termes de géométrie et de niveau de densification. Le compactage uniaxe consiste à appliquer une pression dans une seule direction à l'aide d'un ou deux poinçons (Figure 1.8a), il s'agit d'une méthode simple, économique et largement industrialisée, mais pouvant entraîner des gradients de densité et des défauts tels que le délaminage ou la fissuration (Kumar et al., 2021 ; Pérez Acosta et al., 2018). Le compactage isostatique à froid (CIP) repose sur l'application d'une pression hydrostatique transmise par un fluide (Figure 1.8b), permettant d'obtenir une répartition de densité plus homogène, notamment pour des pièces de formes complexes (Attia, 2021 ; Vadolia et al., 2021).

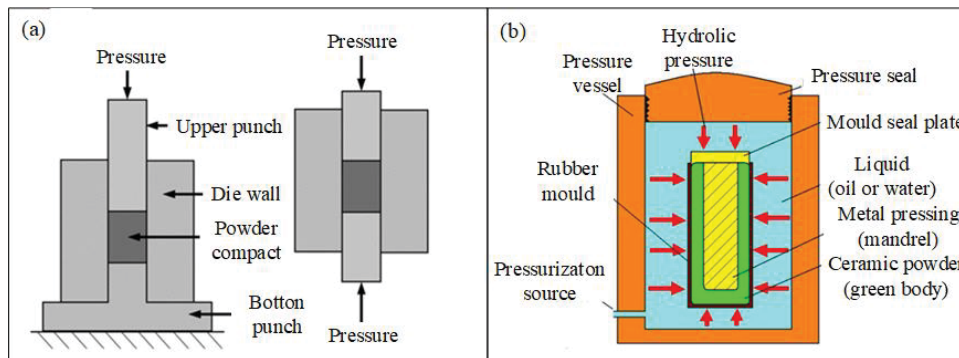


Figure 1.8 Principaux procédés de compactage à froid : (a) compactage uniaxe et (b) compactage isostatique à froid (CIP)

Tirée de W. Wang et al. (2019) et Shukla & Lawrence, (2011)

La pression de compactage constitue un paramètre important pour l'obtention d'une densité verte plus élevée dans les poudres d'aluminium. Une densité verte élevée favorise généralement l'obtention d'une densité relative plus importante après frittage. Toutefois, la densité finale demeure également dépendante de la température de frittage, des conditions de dégazage et du contrôle des impuretés, notamment de la teneur en oxygène (A. S. Chua & Bishop, 2014). Meignanamoorthy et al. ont étudié l'influence de la pression de compactage, de la température de frittage et du temps de maintien sur la densité finale et les propriétés mécaniques de l'alliage d'aluminium Al8079. Les poudres ont été compactées uniaxialement

sous des pressions comprises entre 500 et 600 MPa, avant d'être frittées sous atmosphère d'argon à des températures variant de 400 à 600 °C pendant 1 à 3 h. L'analyse statistique basée sur la méthode de Taguchi (plan L9) et l'ANOVA a mis en évidence que la pression de compactage constitue le paramètre prédominant, suivie de la température de frittage, tandis que le temps de maintien n'exerce qu'un effet secondaire sur la dureté, la résistance mécanique et la densité obtenue (Meignanamoorthy & Ravichandran, 2020). Au-delà de la pression de compactage, la densité verte dépend également des caractéristiques intrinsèques des poudres, notamment de la nature du matériau, de la morphologie des particules et de la technique de compactage.

1.3.2 Effet du matériau et de la morphologie des poudres sur la densité verte

Le comportement au compactage varie fortement selon la nature du matériau et la morphologie des poudres. Dans ce contexte, Suresh et al. ont étudié l'influence de la composition des poudres métalliques sur la densité verte obtenue par compactage uniaxe. En comparant des poudres élémentaires d'aluminium, de fer, de nickel, de cobalt et de titane, ils ont montré que l'aluminium se distingue nettement en atteignant les valeurs les plus élevées, proches de 90 % à 200 MPa, tandis que le fer et le nickel se situent autour de 70–75 % et le titane et le cobalt autour de 50–65 % (Figure 1.9). Cette différence est principalement attribuée à la plus grande ductilité de l'aluminium, qui favorise l'aplatissement des particules et l'augmentation des surfaces de contact interparticulaires sous pression (K.R, S, Kara, & L, 2015).

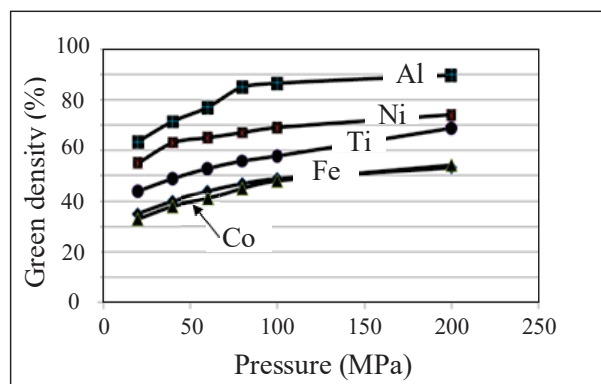


Figure 1.9 Influence de la nature du matériau sur la densité verte

Tirée de K.R et al. (2015)

Les poudres d'aluminium obtenues par atomisation au gaz ou par plasma, caractérisées par une forme majoritairement sphérique, présentent un empilement initial plus compact et un écoulement favorable, ce qui tend à améliorer la densité verte atteinte sous pression. Toutefois, cette géométrie régulière limite l'interverrouillage mécanique entre particules et peut conduire à une cohésion verte relativement modérée. À l'inverse, les poudres produites par atomisation à l'eau possèdent une morphologie plus irrégulière et anguleuse qui favorise l'ancrage interparticulaire et renforce la résistance mécanique du compact, mais au prix d'un empilement moins efficace et d'une densité verte plus faible (Chua, 2014). De plus, une dureté élevée des particules d'aluminium, souvent associée à une couche d'oxyde plus épaisse, réduit leur aptitude à la déformation plastique et freine la création de nouvelles zones de contact, ce qui peut compromettre simultanément la densification et la résistance de la pièce verte (Chua, 2014).

1.3.3 Effet de la technique de compactage sur la densité verte

Lors du compactage des poudres d'aluminium, la densification progresse rapidement aux faibles niveaux de pression, puis son taux ralentit progressivement en raison de l'écrasement des particules (Chua, 2014) ; toutefois, l'évolution de cette densification demeure étroitement dépendante de la technique de compactage employée. Dans ce contexte, Chua et Bishop ont étudié l'influence du compactage uniaxe et du compactage isostatique à froid (CIP) sur les alliages d'aluminium PM2324 et PM7075, dont les résultats sont présentés dans la Figure 1.10. Les poudres ont été compactées à des pressions comprises entre 100 et 400 MPa, puis frittées sous atmosphère contrôlée azote/vide. Les résultats montrent que le CIP permet d'obtenir toujours des densités vertes légèrement plus élevées et une répartition de densité plus homogène que le compactage uniaxe ; toutefois, les deux alliages n'atteignent pas le même niveau de densification, avec des valeurs d'environ 90 % pour le PM2324 (Figure 1.10a) et 96 % pour le PM7075 (Figure 1.10b) à 400 MPa. Les auteurs soulignent néanmoins qu'une densité verte élevée n'entraîne pas nécessairement une amélioration proportionnelle des propriétés mécaniques finales, celles-ci dépendant également de la microstructure développée lors du frittage (A. S. Chua & Bishop, 2014).

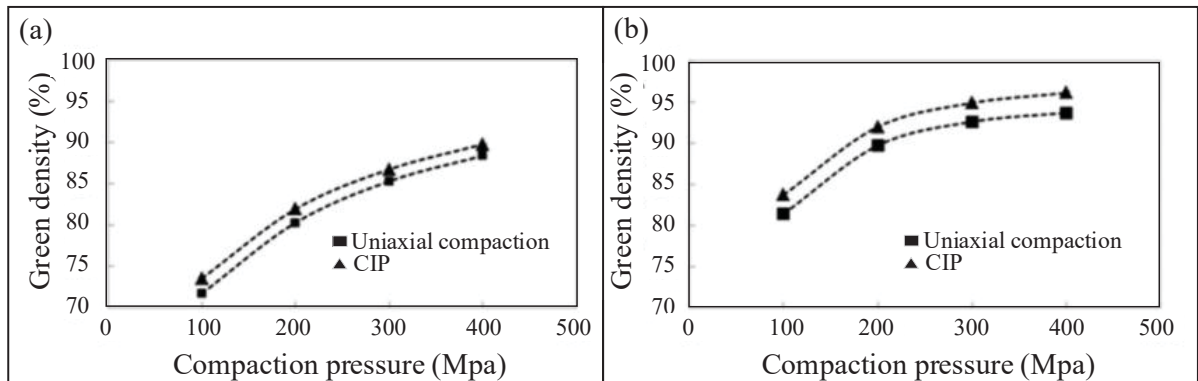


Figure 1.10 Évolution de la densité verte en fonction de la pression de compactage pour les alliages (a) PM2324 et (b) PM7075

Tirée de A. S. Chua & Bishop. (2014)

1.3.4 Effet de la friction matrice–poudre d’aluminium sur la densité verte

Le principal défi du compactage uniaxe en matrice réside dans la friction entre la poudre d’aluminium et les parois internes de la matrice lors de l’application de la pression. Cette friction limite la transmission homogène de la contrainte mécanique à l’intérieur du lit de poudre, entraînant une diminution progressive de la pression effective avec la profondeur et, par conséquent, l’apparition de gradients de densité au sein de la pièce verte. L’augmentation de la pression de compactage accentue ce phénomène en renforçant les forces de frottement, ce qui complique l’éjection du compact et accroît les sollicitations mécaniques imposées à l’outillage. Lors de l’éjection, la relaxation des contraintes résiduelles accumulées pendant le pressage induit un retour élastique du compact, susceptible de générer des contraintes différentielles. Lorsque ces contraintes dépassent la résistance mécanique de la pièce verte, elles peuvent conduire à des fissurations ou à des phénomènes de délamination, en particulier dans les zones présentant une densité non uniforme (A. Chua, 2014). L’influence combinée de la friction aux parois et de la cinétique de compactage a été mise en évidence par Khoei et al. pour des poudres d’aluminium pur, comme illustré à la Figure 1.11. À faible vitesse de compactage, les auteurs ont montré que la distribution de la pression demeure relativement homogène et uniforme dans l’ensemble du volume en absence de friction, tandis qu’en présence de friction aux parois, l’homogénéité du champ de pression diminue et un léger gradient vertical apparaît à proximité du poinçon. En revanche, à vitesse élevée, la simulation

met en évidence une forte concentration des contraintes dans la partie supérieure du compact, tandis qu'une zone de faible pression se développe à la base. Cet effet est accentué par la friction aux parois, pouvant même entraîner une déformation du compact. Cette hétérogénéité conduit à une densification verte non uniforme (Khoei, Sameti, Kazempour, & Pourkermani, 2024).

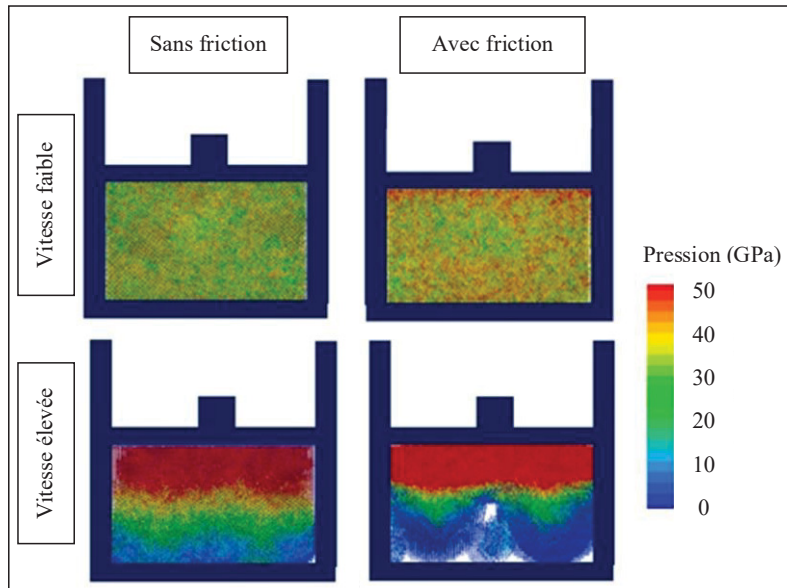


Figure 1.11 Distribution de la pression dans des poudres d'aluminium lors du compactage uniaxe avec et sans friction aux parois, pour des vitesses faibles et élevées

Tirée de Khoei et al. (2024)

À l'issue du compactage, les pièces vertes commencent à présenter une cohésion entre les particules, mais elles conservent encore une porosité importante. La densité verte des alliages d'aluminium se situe généralement autour de 80 % et peut atteindre jusqu'à environ 97 % de la densité théorique (Showaiter & Youseffi, 2008), selon la pression appliquée et les caractéristiques de la poudre. Le frittage qui suit est donc nécessaire afin d'atteindre une densification plus élevée et d'améliorer les propriétés mécaniques finales.

1.4 Frittage des poudres d'aluminium

Après l'étape de compactage, les pièces dites vertes sont soumises à un traitement de frittage effectué sous atmosphère contrôlée. Ce procédé thermique permet d'assurer la consolidation

du matériau par la création de liaisons entre les particules adjacentes, ce qui améliore la résistance mécanique globale de la pièce. Les densités relatives obtenues après frittage se situent le plus souvent dans une plage comprise entre 94 et 99 % de la densité théorique, bien que ces valeurs puissent varier en fonction des paramètres de procédé (R.M. German, 2010). Une meilleure maîtrise de cette étape permettrait donc de proposer une alternative compétitive aux techniques de moulage et de fabrication additive.

Le frittage peut être réalisé soit à l'état solide, soit en présence d'une phase liquide. Dans le cas du frittage à l'état solide, le procédé se déroule à des températures inférieures au point de fusion de l'ensemble des constituants du système et repose principalement sur des mécanismes de diffusion atomique permettant la formation et la croissance des cols solides entre particules (Al-Qudsi, Kammler, Bouguecha, Bonk, & Behrens, 2015). Ce type de frittage convient aux alliages dont la température de fusion est élevée tels que les aciers à base de fer, le titane, le cuivre et leurs alliages (Sainz et al., 2024).

Sur le plan microstructural, la densification au cours du frittage solide s'organise classiquement en trois étapes successives. La première correspond à l'amorçage des cols interparticulaires, gouverné par des mécanismes de diffusion activée thermiquement, notamment la diffusion de surface, la diffusion volumique et la diffusion le long des joints de grains (Figure 1.12). Cette étape est suivie par une phase intermédiaire caractérisée par la fermeture progressive des pores et l'augmentation de la densité du compact. Enfin, une dernière étape associe la poursuite de la densification à un phénomène de grossissement des grains (Mazlan et al., 2023). Toutefois, dans le cas des poudres d'aluminium, le frittage à l'état solide est fortement limité par la présence d'une couche d'oxyde d'alumine stable recouvrant chaque particule. L'épaisseur de cette couche dépend du procédé d'atomisation et varie généralement d'environ 5 nm pour des poudres atomisées au gaz à près de 100 nm pour des poudres atomisées à l'eau (Ernst et al., 2020 ; Krajnikov et al., 2002). Au cours du chauffage, l'oxyde superficiel subit une transition de l'état amorphe $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ vers une phase $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ à partir d'environ 400 °C. Cette transformation engendre des microfissurations liées aux différences de dilatation thermique et de densité entre les phases d'oxyde, contribuant à fragiliser cette couche, sans toutefois assurer sa disparition complète. Par conséquent, la présence de ce film d'oxyde constitue un obstacle

à la diffusion interparticulaire, limitant ainsi fortement la densification atteignable par frittage à l'état solide (Pieczonka & Kazior, 2013).

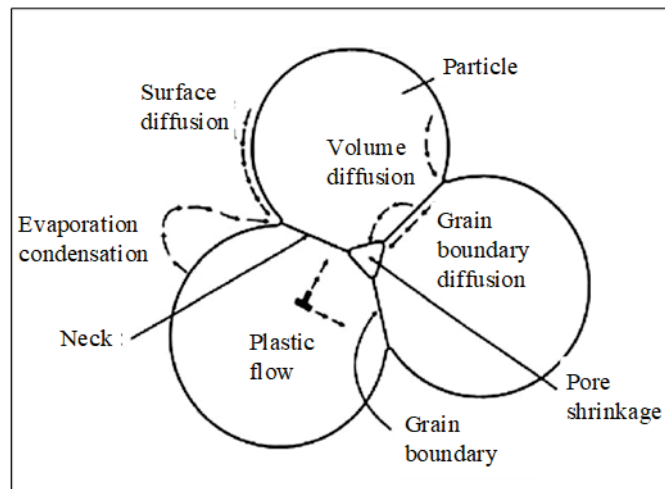


Figure 1.12 Mécanismes de diffusion intervenant lors du frittage en phase solide

Tirée de Al-Qudsi, Kammler, Bouguecha, Bonk, & Behrens. (2015)

Le frittage en phase liquide classique repose sur la formation d'une phase fondue issue de l'ajout d'un élément à bas point de fusion. Le frittage se produit lorsqu'une phase fondue apparaît au cours du chauffage et coexiste avec la phase solide, le plus souvent à la suite de la fusion d'un additif à bas point de fusion introduit dans le mélange. Cette phase liquide génère des forces capillaires qui provoquent un réarrangement rapide des particules solides, suivi d'une densification progressive contrôlée par des mécanismes de solution-précipitation, comme illustré dans la Figure 1.13 (Kang, 2010 ; Rahaman, 2010). Ce principe est particulièrement utilisé pour des matériaux à très haute température de fusion, comme le tungstène ($\approx 3\,422\text{ °C}$), pour lesquels des éléments tels que le nickel ou l'étain permettent de générer une phase liquide facilitant le transport de matière et la densification (Patel, Karthik, & Sharma, 2025).

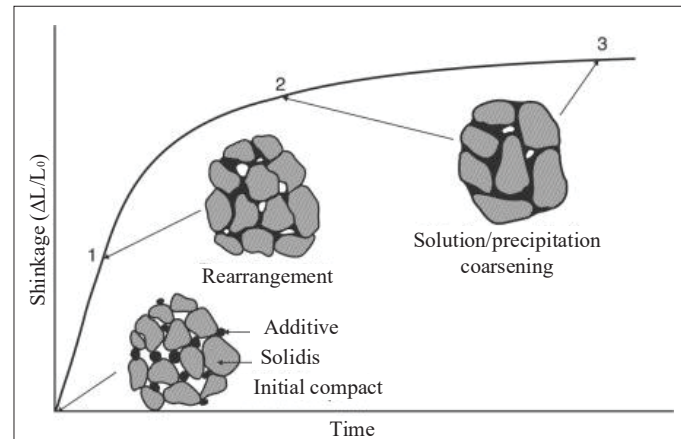


Figure 1.13 Cinétique de densification lors du frittage en phase liquide traditionnel

Tirée de Rahaman. (2010)

L'application de ce principe aux alliages d'aluminium reste limitée. En effet, le choix d'un additif générateur de liquide est restreint en raison du faible nombre d'éléments possédant un point de fusion inférieur à celui de l'aluminium (660 °C). Par exemple, le zinc, bien que fondant à 419 °C, présente une forte solubilité dans l'aluminium, ce qui favorise sa dissolution rapide dans la matrice et peut entraîner un gonflement plutôt qu'une densification (Kusunoki et al., 2025). Pour pallier cette limitation, Kusunoki et al. ont étudié l'effet de l'ajout de poudres eutectiques Al-X (X = Cu, Ca ou Mg) à une poudre d'aluminium pure lors d'un frittage réalisé à 630 °C, température supérieure aux températures eutectiques de ces additifs, sur la densification, comme illustré à la Figure 1.14. Les auteurs montrent que, pour des poudres présentant une couche d'oxyde mince d'environ 2 nm, les compacts contenant Al-Cu et Al-Ca atteignent des densités relatives de l'ordre de 96 % et 97 %, respectivement (Figure 1.14a, b), tandis que l'additif Al-Mg conduit à une densité faible, d'environ 80 % (Figure 1.14c). Cette différence s'explique par la faible stabilité de la phase liquide dans le système Al-Mg : le magnésium se dissout rapidement dans la matrice d'aluminium, entraînant la disparition progressive du liquide et l'arrêt des mécanismes de transport de matière par dissolution–re-précipitation. Par ailleurs, l'efficacité du procédé est fortement conditionnée par l'interaction entre l'additif et la couche d'oxyde d'alumine. Dans le cas de l'additif Al-Ca, le calcium peut réagir avec l' Al_2O_3 pour former une phase CaAl_2O_4 susceptible de se développer sous forme de couche continue à l'interface liquide/oxyde, agissant comme une barrière supplémentaire

limitant la densification. En revanche, avec l'additif Al-Cu, aucune réaction bloquante avec l'oxyde n'a été observée par les auteurs. Toutefois, lorsque l'épaisseur du film d'oxyde double pour atteindre environ 4 nm, la densification diminue à environ 93 % avec l'additif Al-Cu, tandis qu'elle chute jusqu'à environ 75 % avec l'additif Al-Ca. Lorsque l'épaisseur du film atteint environ 50 nm, la densité relative se limite à environ 73 %, quel que soit l'additif utilisé, indiquant une absence quasi totale de densification (Kusunoki et al., 2025).

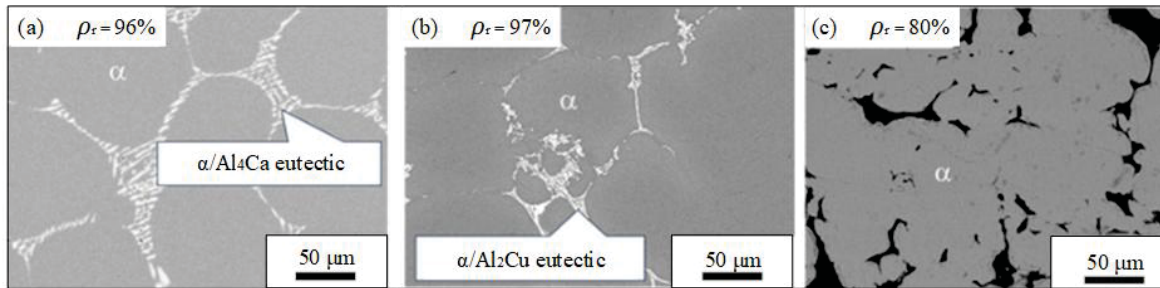


Figure 1.14 Effet de l'additif Al-X (Cu, Ca, Mg) sur la formation de la phase liquide et la densification (a) Al-Cu et (b) Al-Ca et (c) Al-Mg

Tirée de Kusunoki et al. (2025)

Bien que le frittage à l'état solide et le frittage en phase liquide classique présentent des mécanismes de densification bien établis, leurs limitations respectives dans le cas des poudres d'aluminium et de leurs alliages justifient le développement d'approches alternatives, telles que le frittage en phase liquide supersolidus, qui constitue le cœur de la présente étude. Ce type de frittage correspond à un cas particulier dans lequel une fraction liquide se forme par dépassement du solidus de l'alliage préallié. La densification repose sur un mécanisme d'écoulement visqueux du squelette semi-solide. Ce procédé est adapté aux alliages préalliés d'aluminium ainsi qu'aux alliages à base de nickel. Il permet de préserver la composition chimique initiale sans modifier la nature des phases présentes (H. Momeni, H. Razavi, & S. G. Shabestari, 2011 ; Tang, Pan, Qu, Duan, & He, 2009).

1.4.1 Frittage en phase liquide supersolidus

Le frittage en phase liquide supersolidus (*SLPS, supersolidus liquid phase sintering*) constitue une variante du frittage en phase liquide dans laquelle la fraction fondue ne provient pas d'un additif externe, mais de la fusion partielle de l'alliage préallié lorsque la température se situe entre le solidus et le liquidus (Jäger & Weber, 2020). Selon le diagramme de phase binaire Al-

XSi-0.3Mg présenté à la Figure 1.15a, pour un alliage Al-10Si-0.3Mg contenant environ 10 % massique de Si, la microstructure à basse température ($\approx 400\text{--}500\text{ }^{\circ}\text{C}$) se situe dans le domaine triphasé solide $\alpha\text{-Al} + \text{Si} + \text{Mg}_2\text{Si}$, où la matrice $\alpha\text{-Al}$ coexiste avec le silicium issu du constituant eutectique Al-Si ainsi qu'avec des précipités de Mg_2Si . À mesure que la température dépasse environ $520\text{ }^{\circ}\text{C}$, la phase Mg_2Si se dissout dans la matrice $\alpha\text{-Al}$, conduisant à un domaine biphasé solide ($\alpha\text{-Al} + \text{Si}$). À proximité de $555\text{ }^{\circ}\text{C}$, une première fraction de liquide apparaît, plaçant l'alliage dans le domaine triphasé ($\alpha\text{-Al} + \text{Si} + \text{L}$). Cette fraction liquide augmente progressivement avec la température et atteint environ 80 % vers $575\text{ }^{\circ}\text{C}$ selon le modèle de Scheil-Gulliver (Figure 1.15b). À ce stade, le constituant eutectique fond majoritairement, tandis que les grains solides d' $\alpha\text{-Al}$ coexistent avec un liquide enrichi en silicium. Lorsque la température continue d'augmenter, la fraction liquide croît davantage, à l'approche du liquidus ($\sim 595\text{ }^{\circ}\text{C}$), la fusion complète de l'alliage se produit.

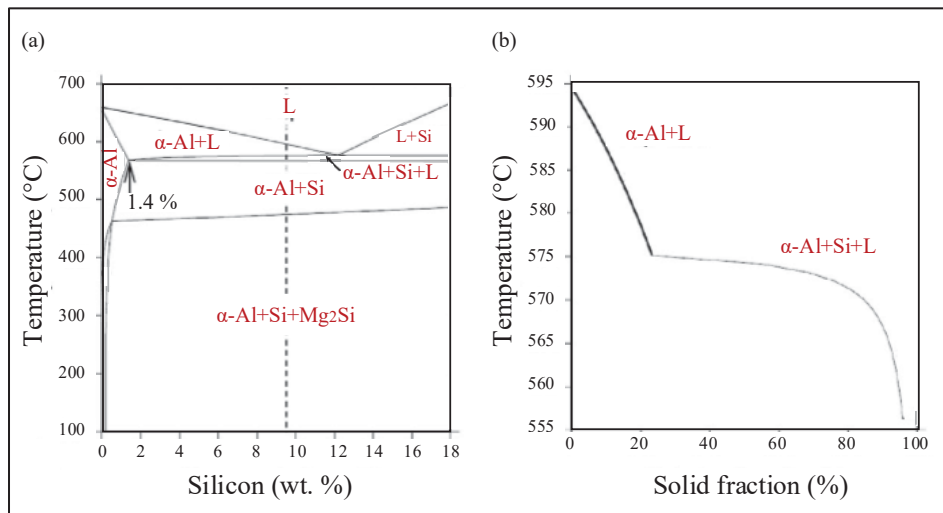


Figure 1.15 (a) Diagramme de phases de l'alliage Al-xSi-0,35Mg et (b) évolution de la température en fonction de la fraction solide pour l'alliage Al-9.9Si-0.35Mg selon le modèle de Scheil-Gulliver

Tirée de Maeshima & Oh-ishi. (2019)

Au cours du frittage supersolidus, la fraction liquide qui apparaît se forme principalement aux joints de grains situés à l'intérieur des particules ainsi qu'aux points de contact de celles-ci. Cette phase liquide mouille progressivement les interfaces solides. Les films liquides présents aux joints ramollissent le squelette solide et, sous l'effet des forces capillaires, les particules peuvent se déformer plastiquement et combler progressivement les pores. comme illustré dans

la Figure 1.16 (Jäger & Weber, 2020). Par ailleurs, la présence de liquide favorise la déstabilisation de la couche superficielle de $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$. Le fort désaccord entre les coefficients de dilatation thermique de l'aluminium liquide et de l'oxyde génère des contraintes de traction au sein du film d'alumine, ce qui provoque sa fissuration (Schaffer, Sercombe, & Lumley, 2001).

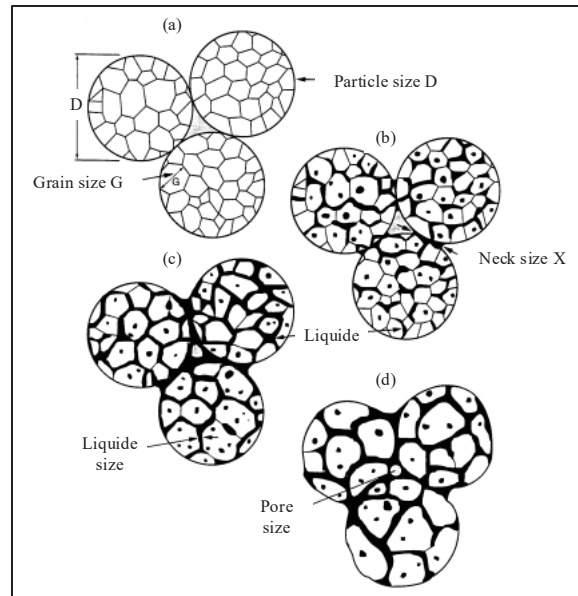


Figure 1.16 mécanismes de densification lors du frittage supersolidus en phase liquide

Tirée de Randall M. German. (1997)

1.4.2 Effet de la taille des poudres et des grains sur la densification

Contrairement au frittage en phase liquide classique, où l'obtention d'une forte pression capillaire nécessite l'utilisation de poudres très fines pour favoriser le réarrangement des particules, le frittage en phase liquide supersolidus permet l'emploi de poudres beaucoup plus grossières. Selon German, lorsque la température dépasse le solidus, le liquide se forme à l'intérieur des particules et pénètre le long des joints de grains, provoquant la fragmentation des particules en grains individuels. Ce sont alors ces grains internes qui contrôlent le comportement rhéologique du système semi-solide. La force capillaire demeure présente en SLPS, où elle contribue à l'assistance de l'écoulement visqueux ; toutefois, son intensité dépend du rayon de courbure des films liquides entourant les grains. Par conséquent, des poudres atomisées de taille comprise entre environ 20 et 250 μm , généralement trop grossières

pour le LPS classique, s'avèrent particulièrement adaptées au SLPS (Randall M. German, 1997). De plus, lorsque la fraction de liquide reste constante, la taille des grains influence le comportement de densification. Avec des grains plus grossiers, leur nombre par unité de volume diminue et la surface totale des joints de grains devient plus faible. Comme le liquide est principalement localisé aux joints, il doit se répartir sur cette surface intergranulaire. Ainsi, lorsque la surface disponible diminue en raison du grossissement des grains, la même quantité de liquide se concentre sur une surface plus réduite, ce qui entraîne un épaissement des films liquides. Cet épaissement peut réduire la rigidité du squelette microstructural en favorisant ainsi la densification. Toutefois, un épaissement excessif des films liquides peut compromettre la stabilité dimensionnelle et provoquer une distorsion du compact (J. Liu, Lal, & German, 1999).

1.4.3 Mécanismes de distorsion et stabilité dimensionnelle

La distorsion lors du frittage supersolidus peut provenir principalement de trois facteurs : des gradients de densité verte, des gradients thermiques et l'effet de la gravité. Lorsque la densité initiale n'est pas homogène, les zones moins denses se rétractent davantage que les zones plus denses, ce qui entraîne un retrait différentiel et donc une déformation (Ravi & Green, 2006). De même, un chauffage non uniforme provoque un frittage plus rapide dans les régions les plus chaudes, générant une déformation vers la source de chaleur (Ritchie et al., 2023). À ces effets internes s'ajoute l'influence de la gravité. Lorsque la densification progresse et que la fraction liquide augmente, le liquide tend à se répartir le long des joints de grains et forme des films intergranulaires. Cette évolution réduit progressivement la rigidité des particules. Lorsque la fraction liquide dépasse un seuil critique, les forces capillaires qui maintiennent la cohésion entre les particules ne sont plus suffisantes pour préserver l'intégrité mécanique du compact. Dans ces conditions, la contrainte gravitationnelle peut induire une déformation du matériau, caractérisée par une compression axiale et une expansion radiale, phénomène désigné sous le terme d'affaissement (Molla, 2023). Dans le cas de l'alliage Al2024, Momeni et al. ont montré qu'une fraction liquide d'environ 15 % permet d'atteindre une densité relative proche de 99 % tout en maintenant une bonne stabilité dimensionnelle (H. Momeni et al., 2011), toutefois, la fraction liquide formée dépend directement de la température de frittage.

1.4.4 Effet de la température de frittage supersolidus

Au-delà de la taille des grains, la température de frittage, qui contrôle directement le rapport solide/liquide, constitue un paramètre important pour la densification, l'évolution microstructurale et la stabilité dimensionnel. Le comportement de densification en frittage supersolidus peut être assimilé à un écoulement visqueux, les grains partiellement fondus adoptent un comportement « pâteux » à mesure que la fraction volumique de liquide augmente, cette dernière étant directement contrôlée par la température de frittage. En conséquence, la viscosité effective du système solide-liquide diminue progressivement, ce qui accélère la densification. (Randall M. German, 1997). Dans le cas des alliages d'aluminium, une fraction liquide généralement comprise entre 20 à 40 % en volume est souvent considérée comme favorable à une densification rapide tout en préservant la stabilité dimensionnelle (Randall M. German, 1997). Momeni et al. ont quantifié l'influence de la température de frittage supersolidus et de la fraction liquide sur la densification de l'alliage Al2024. À 580 °C, la fraction liquide reste limitée à environ 3 %, ce qui ne permet de couvrir qu'environ 35 % des joints de grains ; la densité relative atteint alors 86 % (Figure 1.17a). Lorsque la température est augmentée à 610 °C, la fraction liquide s'élève à environ 15 %, assurant une couverture quasi continue des joints (~ 80 %), ce qui active les mécanismes d'écoulement visqueux et conduit à la densité maximale mesurée de 99 %. En revanche, à 620 °C, la fraction liquide atteint près de 23 % et l'épaisseur excessive des films intergranulaires entraîne la formation de petits pores, provoquant une légère diminution de la densité, qui reste proche de 98 % (Figure 1.17a). Par ailleurs, l'ajout de 0,1 % Sn améliore la mouillabilité du liquide, favorisant une meilleure couverture des joints de grains et une amélioration globale de la densification (H. Momeni et al., 2011).

L'évolution de la taille des grains suit elle aussi une tendance corrélée à l'augmentation de la fraction liquide (Figure 1.17b). À 580 °C, la taille moyenne des grains demeure proche de 18 μm . À 610 °C, la mobilité accrue des frontières de grains, entraîne une croissance jusqu'à environ 27 μm . Lorsque la température atteint 620 °C, l'augmentation de la fraction liquide accentue encore la migration des frontières, conduisant à une taille moyenne d'environ 30 μm .

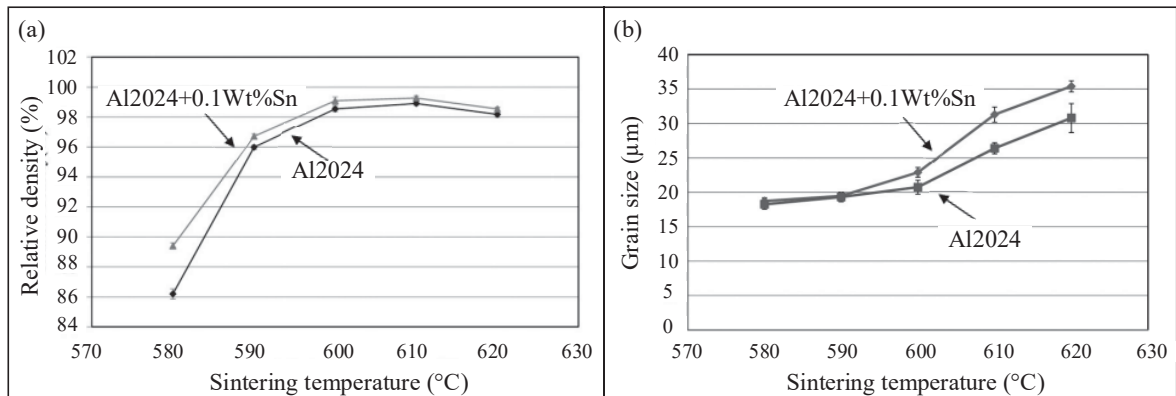


Figure 1.17 Influence de la température de frittage supersolidus des alliages Al2024 et Al2024 + 0,1 % Sn. sur (a) la densification et (b) la croissance granulaire

Tirée de H. Momeni et al. (2011)

Durant le frittage supersolidus en phase liquide, un phénomène de dissolution des petites particules ou précipités au profit de la croissance des plus grandes, connu sous le nom de mûrissement d'Ostwald (*Ostwald ripening*) peut également se produire. Les particules de faible rayon, thermodynamiquement moins stables en raison de leur forte courbure et de leur énergie interfaciale plus élevée, se dissolvent préférentiellement dans la phase liquide. Les atomes dissous diffusent ensuite à travers cette phase et se re-précipitent sur les particules de plus grande taille, favorisant ainsi leur croissance (Ibrahim, Abdelaziz, Samuel, Doty, & Samuel, 2021). Su et al. ont étudié l'évolution microstructurale d'un alliage Al-15Si-2.5Cu-0.5Mg, compacté uniaxialement à 400 MPa, puis fritté sous atmosphère d'azote pendant 60 minutes à différentes températures, dont les microstructures sont présentées dans la Figure 1.18. À 500 °C, la microstructure correspond principalement à un frittage à l'état solide, caractérisé par une densité relative limitée (83 %). Les régions riches en cuivre, observées sous forme de zones blanches, sont dispersées au sein de la matrice d'aluminium, tandis que les particules de silicium demeurent fines (Figure 1.18a). Lorsque la température atteint 555 °C puis 563 °C, la densité augmente respectivement à 89 % et 90 % en raison de l'apparition d'une phase liquide enrichie en cuivre. Cette phase liquide se localise le long des joints de grains et adopte une morphologie en « collier » intergranulaire. Parallèlement, les particules de silicium amorcent un phénomène de grossissement (Figure 1.18b-c), attribuable à un mécanisme de dissolution-re-précipitation assimilable à un phénomène d'Ostwald ripening (Su & Chang, 2010).

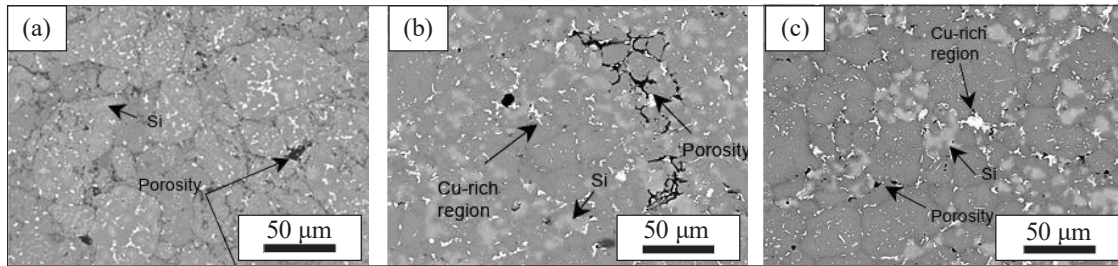


Figure 1.18 Évolution microstructurale en fonction de la température de frittage de l'alliage Al-15Si-2,5Cu-0,5Mg : (a) 500 °C ; (b) 555 °C et (c) 563 °C

Tirée de Su & Chang (2010)

1.5 Propriétés mécaniques et traitements thermiques

Les propriétés mécaniques des alliages d'aluminium frittés sont fortement conditionnées par leur densité et leur microstructure, laquelle évolue notamment en fonction de la température de frittage. Rong et al. ont mis en évidence, pour l'alliage AlSi10Mg élaboré par Spark Plasma Sintering (SPS), une corrélation inverse entre la dureté et l'évolution de la taille des grains ainsi que celle des particules de silicium. La diminution de la taille des grains, associée à un affinement et à une distribution plus homogène des particules de Si, favorise une augmentation de la dureté. Ce comportement s'explique par l'effet combiné du mécanisme de Hall-Petch, les joints de grains agissant comme obstacles au mouvement des dislocations, et du rôle des particules fines de Si qui entravent leur déplacement. À l'inverse, la croissance des grains et le grossissement du silicium diminuent l'efficacité de ces mécanismes, entraînant une baisse de la dureté (Rong et al., 2023).

À l'état brut de frittage, la résistance ultime des alliages d'aluminium se situe généralement entre 100 et 200 MPa, avec une dureté comprise entre 40 et 60 HV, selon la composition et les paramètres de mise en œuvre (Lall & Bishop, 2015). Ces performances demeurent inférieures à celles obtenues par des pièces coulées ou par fusion sur lit de poudre par laser. Afin d'améliorer ces propriétés, différents traitements peuvent être appliqués, notamment des traitements thermiques (T4, T6) ou des traitements thermo-mécaniques (T2, T3) (T. Wang et al., 2021). Christensen et al. ont étudié l'influence des différents états métallurgiques (T1, T2, T3, T4 et T6) sur les propriétés mécaniques de l'alliage Al-2.3Cu-1.5Mg-0.5Sn compacté à

200 MPa puis fritté à 630 °C pendant 20 min. Les traitements impliquant un recomptage (T2 et T3) améliorent principalement la résistance statique en raison de la densification mécanique post-frittage, qui réduit la porosité résiduelle et accroît les contraintes internes associées à l'écroutissage. Cette consolidation mécanique augmente la limite d'élasticité, mais s'accompagne d'une diminution de la ductilité et de la résistance en fatigue. À l'inverse, les états issus d'une mise en solution suivie d'un vieillissement naturel (T4) favorisent un meilleur compromis résistance–ductilité–fatigue, suggérant une microstructure plus homogène et moins contrainte. Le traitement T6 se distingue par l'augmentation maximale de la limite d'élasticité, liée au durcissement par précipitation. Toutefois, cette amélioration s'accompagne d'une diminution de la ductilité et d'une légère baisse de la résistance en fatigue (Tableau 1.1).

Le choix du traitement thermique optimal dépend du compromis recherché entre résistance, ductilité et performance en fatigue. Si le traitement T6 permet d'obtenir la limite d'élasticité la plus élevée, au détriment d'une diminution de la résistance en fatigue et de l'allongement, des états tels que T4 peuvent offrir une augmentation modérée de ces propriétés. Il convient cependant de préciser que la contribution des différents traitements à la résistance à la traction ultime ainsi qu'à la dureté n'a pas été évaluée dans cette étude (Christensen, Donaldson, & Bishop, 2019).

Tableau 1.1 Influence des traitements thermiques (T2, T3, T4, T6) sur les propriétés mécaniques de l'alliage fritté Al-2.3Cu-1.5Mg-0.5Sn

Tiré de Christensen et al. (2019)

-	Description du traitement	Limite d'élasticité (MPa)	Allongement maximal (%)	Résistance en fatigue (MPa)
T1	1. Frittage à 630 °C pendant 20 min. 2. Vieillissement naturel à 21 °C.	185	11	170
T2	1. Recompactage à 450 MPa pendant 1 h. 2. Vieillissement naturel à 21 °C.	+31 %	-18 %	-15 %
T3	1. Mise en solution à 530 °C pendant 2 h. 2. Trempe à l'eau. 3. Recompactage à 450 MPa pendant 1 h 4. Vieillissement naturel à 21 °C.	+27 %	-36 %	-16 %
T4	1. Mise en solution à 530 °C pendant 2 h. 2. Trempe à l'eau. 3. Vieillissement naturel à 21 °C	+6 %	+27 %	+18 %
T6	1. Mise en solution à 530 °C pendant 2 h. 2. Trempe à l'eau. 3. Vieillissement artificiel à 200 °C pendant 10 h.	+33 %	-64 %	-7 %

Le choix des températures de mise en solution dans le cadre des traitements T4 et T6 repose sur un compromis entre la dissolution maximale des phases durcissantes, associées notamment aux éléments Cu, Mg et Si, et la nécessité de rester en dessous de la température de fusion afin d'éviter toute fusion locale. De même, les conditions de vieillissement appliquées dans le cas du T6 sont définies de manière à favoriser une précipitation fine et homogène au sein de la matrice d'aluminium. (Sjölander & Seifeddine, 2010). Les températures optimales de mise en solution pour les alliages Al-Si-Mg se situent généralement entre 530 et 550 °C, avec un vieillissement compris entre 150 et 170 °C. (Faccoli, Dioni, Cecchel, Cornacchia, & Panvini,

2017 ; Xu, Pan, Lu, & Bo, 2018). L'efficacité des traitements thermiques a été démontrée pour plusieurs alliages d'aluminium issus de procédés de frittage. Liu et al. ont comparé les états T4 et T6 sur un alliage Al6061 fritté, montrant que si le T4 entraîne une amélioration modérée des propriétés mécaniques, avec une augmentation d'environ +33 % de la résistance ultime à la traction et +4 % de la limite d'élasticité, le T6 conduit à une amélioration beaucoup plus significative, atteignant environ +93 % pour la résistance ultime à la traction et +272 % pour la limite d'élasticité, en raison du durcissement par précipitation. (Z. Y. Liu, Sercombe, & Schaffer, 2008). De manière complémentaire, Hirsch et al. ont rapporté un effet similaire sur la dureté d'un alliage AlSi7Mg0.6 fritté. À l'état brut, l'alliage présentait une dureté d'environ 60 HBW. Après une mise en solution à 530 °C pendant 1 h, suivie d'un vieillissement artificiel à 180 °C durant 2,5 h, la dureté a pratiquement doublé, atteignant environ 120 HBW (Hirsch, Winter, Grund, & Lampke, 2022).

CHAPITRE 2

PROBLÉMATIQUE ET OBJECTIFS

2.1 Problématique de recherche

La revue de la littérature met en évidence l'intérêt croissant pour les alliages d'aluminium élaborés par métallurgie des poudres, notamment l'alliage AlSi10Mg, largement utilisé dans les secteurs aéronautique et automobile en raison de son bon compromis entre légèreté et aptitude au frittage. Parmi les procédés, le frittage supersolidus en phase liquide (SLPS) apparaît comme une approche particulièrement prometteuse pour atteindre des densités élevées tout en conservant la stabilité dimensionnelle, avec des propriétés mécaniques comparables à celles des pièces coulées ou issues de la fabrication additive. Ce procédé repose sur la formation contrôlée d'une fraction liquide, induite par l'élévation de la température au-dessus du solidus, permettant la fermeture des pores et l'amélioration des propriétés mécaniques. Cependant, malgré les avancées récentes, un manque de connaissances existe quant à l'évolution microstructurale de l'alliage AlSi10Mg en fonction de la température de frittage SLPS et à son influence directe sur la dureté et la résistance mécanique. De plus, l'effet du vieillissement artificiel, appliqué après le frittage, sur la microstructure et les performances mécaniques demeure encore insuffisamment documenté.

2.2 Objectifs de recherche

L'objectif global de ce projet est de démontrer la frittabilité des alliages d'aluminium par frittage supersolidus en phase liquide.

Les objectifs spécifiques sont les suivants :

- Étudier l'influence des paramètres de frittage sur l'évolution des phases.
- Établir des corrélations entre les caractéristiques microstructurales et les propriétés mécaniques.

- Déterminer les conditions de frittage permettant d'obtenir des pièces denses présentant de bonnes propriétés mécaniques.

CHAPITRE 3

MÉTHODOLOGIE ET EXPÉRIMENTATION

Ce chapitre décrit la méthodologie expérimentale mise en œuvre afin d'atteindre les objectifs décrits au chapitre précédent. La première partie est consacrée à la caractérisation des poudres. La seconde partie présente les procédures de compactage, suivies des traitements de frittage et du vieillissement artificiel. Enfin, les techniques de caractérisation physique, microstructurale et mécanique des échantillons sont détaillées (Figure 3.1).

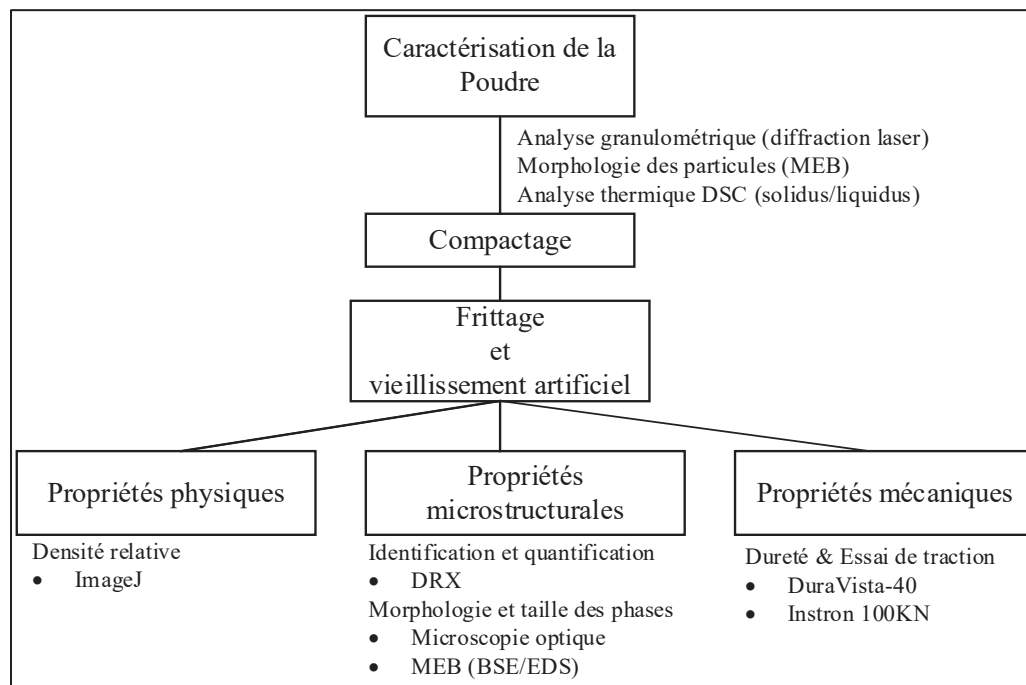


Figure 3.1 Schéma décrivant la méthodologie expérimentale

3.1 Caractérisation de la poudre

Dans cette étude, la poudre utilisée est un alliage d'aluminium AlSi10Mg atomisé au plasma, fourni par AP&C (GE Additive, Canada). Sa distribution granulométrique (PSD) et sa morphologie constituent deux paramètres critiques influençant le comportement au compactage et au frittage. Afin de les caractériser, un analyseur de taille de particules par diffraction laser Beckman Coulter LS 13-320 a été utilisé (Figure 3.2a). Cet appareil, équipé

d'un système d'alimentation en poudre sèche et d'un module optique basé sur la théorie de Fraunhofer, permet de déterminer la distribution des tailles de particules ainsi que la surface spécifique par unité de masse. La morphologie des particules de la poudre a été examinée à l'aide d'un microscope électronique à balayage (MEB) Hitachi S-3600N (Figure 3.2b), équipé d'un détecteur d'électrons secondaires. Les micrographies MEB (présentées au chapitre 4) révèlent une morphologie sphérique, caractéristique des poudres obtenues par atomisation au plasma.

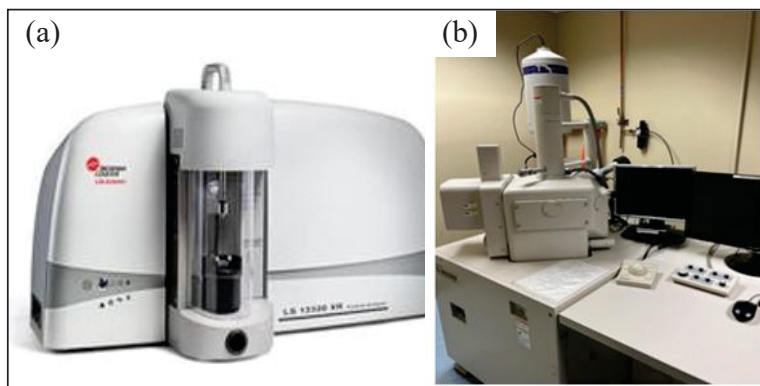


Figure 3.2 (a) Analyseur granulométrique laser Beckman Coulter LS 13-320 et (b) MEB Hitachi S-3600N pour l'observation des particules

Les résultats issus de l'analyse de la distribution granulométrique de la poudre sont présentés dans le Tableau 3.1:

Tableau 3.1 Distribution granulométrique de l'alliage AlSi10Mg

D_{10} (μm)	D_{50} (μm)	D_{90} (μm)
5	16	42

Le point de fusion de la poudre a été déterminé par calorimétrie différentielle à balayage (DSC) à l'aide d'un appareil Perkin Elmer Pyris 1 (Figure 3.3a). Le thermogramme obtenu, représentant le flux de chaleur en fonction de la température, est présenté à la Figure 3.3b. Le pic endothermique observé aux environs de 566 °C correspond au début de la fusion de l'alliage et est associé à l'atteinte du solidus effectif de la poudre.

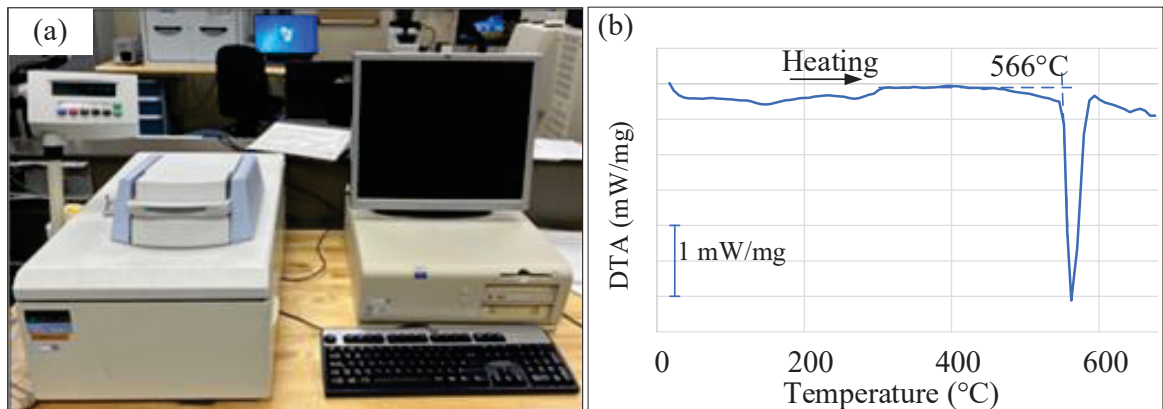


Figure 3.3 (a) Appareil de calorimétrie différentielle à balayage (DSC) Perkin Elmer Pyris 1 et (b) Thermogramme DSC de la poudre AlSi10Mg

3.2 Compactage uniaxe

La compaction des poudres a été réalisée par pressage uniaxe à l'aide d'un ensemble matrice-poinçon (Figure 3.4a). La poudre a été introduite dans la cavité de la matrice, puis soumise à une pression appliquée à la main par le poinçon (Figure 3.4b). Afin d'améliorer la compressibilité et de réduire les frottements entre les particules ainsi qu'entre la poudre et les parois de la matrice, une faible quantité de cire de paraffine (2 % en masse) a été ajoutée au mélange en tant que lubrifiant.

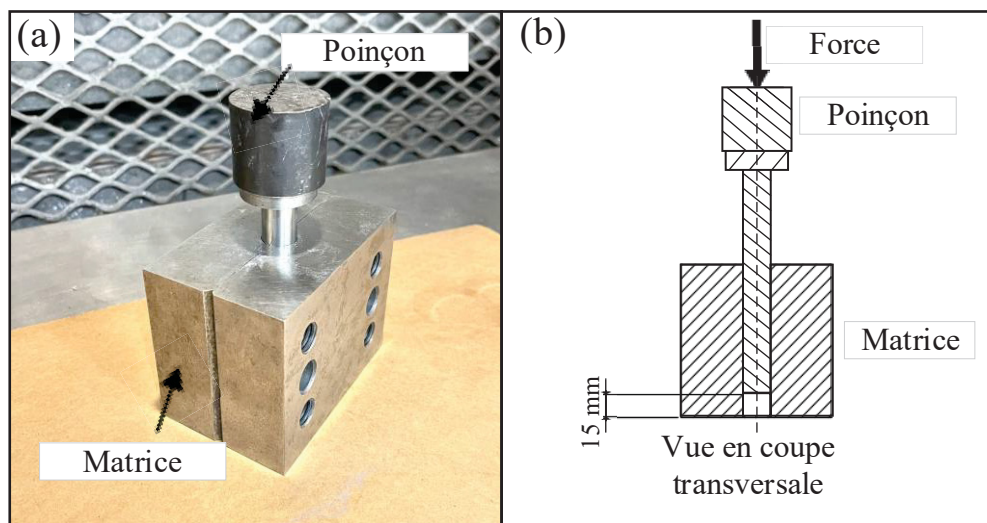


Figure 3.4 (a) Dispositif de compactage uniaxe et (b) schéma en coupe transversale

3.3 Frittage

Le frittage des échantillons a été réalisé à l'aide d'un four tubulaire (Lindberg Model 54579), présenté dans la Figure 3.5, capable d'atteindre une température maximale de 1500 °C. Le four est équipé d'éléments chauffants en carbure de silicium (SiC) disposés dans la chambre chauffante. Une isolation en fibre céramique est placée à l'entrée du tube afin de limiter les pertes de chaleur. Les échantillons ont été placés dans un setter en acier inoxydable puis introduits dans un tube de procédé traversant la chambre chauffante du four. La température de frittage a été mesurée et régulée à l'aide d'un thermocouple de type R positionné à proximité des échantillons. Le frittage a été réalisé sous un flux continu d'azote de très haute pureté (5 L/min). Afin de minimiser la présence d'oxygène dans l'atmosphère de frittage, l'azote a été purifié à l'aide d'un système de purification en deux étapes comprenant un purificateur de gaz (Centor Model 2A-100-SS) permettant de réduire la teneur en oxygène à des niveaux extrêmement faibles (10^{-11} ppm), ainsi que des pastilles de magnésium utilisées pour capter l'oxygène résiduel pendant le frittage.

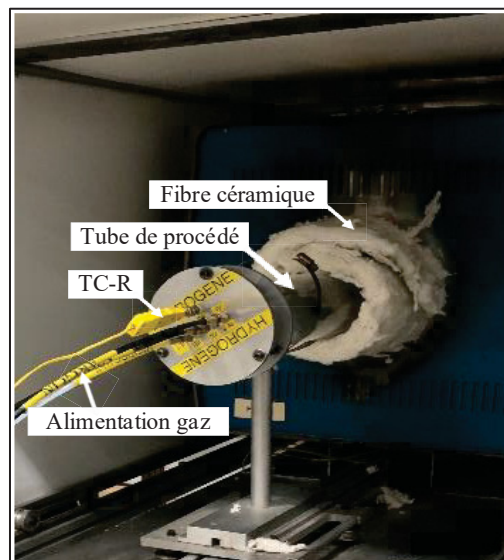


Figure 3.5 Four tubulaire Lindberg (Model 54579)

Dans cette étude, trois échantillons ont été frittés à différentes températures, soit 571, 575 et 579 °C, puis ont subi un traitement T6 comprenant une mise en solution à 530 °C pendant 30 min, suivie d'un vieillissement artificiel à 180 °C pendant 6 h. Afin d'éviter toute répétition,

les courbes thermiques, la procédure de frittage ainsi que la méthodologie de préparation des échantillons sont présentées en détail dans l'article inclus au chapitre 4.

3.4 Propriétés physiques

La densité relative (ρ_{rel}) a été déterminée à l'aide du logiciel ImageJ à partir des micrographies optiques. Pour chaque échantillon, cinq micrographies d'une surface totale analysée de $855 \times 535 \mu\text{m}$ ont été traitées selon la même procédure, et la valeur moyenne obtenue a été retenue comme estimation de la porosité surfacique. L'image originale de la microstructure est présentée à la Figure 3.6a. Les images ont d'abord été converties en niveaux de gris (8-bit). Un seuillage (*threshold*) a ensuite été appliqué pour isoler les pores, identifiés comme des zones sombres sur la microstructure, comme illustré à la Figure 3.6b. Les valeurs du seuil ont été ajustées de manière à sélectionner uniquement les zones noires. Après validation, l'image a été binarisée afin d'obtenir une distinction claire entre la matrice et les pores, comme montré à la Figure 3.6c. La fraction surfacique des pores a ensuite été calculée à l'aide de la fonction « Analyze → Measure », permettant d'obtenir le pourcentage de surface occupé par la porosité.

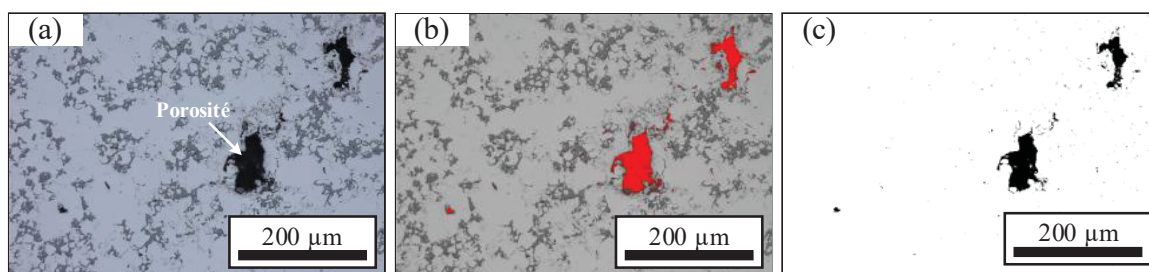


Figure 3.6 (a) micrographie initiale ; (b) segmentation des pores et (c) image binaire utilisée pour le calcul de la fraction surfacique

3.5 Propriétés microstructurales

3.5.1 Identification et quantification des phases

L'identification des phases a été réalisée par diffraction des rayons X (*XRD*) à l'aide d'un diffractomètre Anton Paar XRDynamic 500 fonctionnant en géométrie Bragg–Brentano avec un rayonnement $\text{Cu K}\alpha$ ($\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$). Les paramètres de balayage sont présentés au

Chapitre 4. L'appareil est équipé d'une source à rayons X à anode en cuivre (Cu K α), et le rayonnement diffracté est détecté à l'aide d'un détecteur hybride à pixels à semi-conducteur de type Pixos 2000. L'acquisition des données et le traitement des diffractogrammes ont été effectués à l'aide des logiciels XRAnalysis et HighScore pour l'identification des phases.

La fraction volumique des phases identifiées a été estimée à l'aide de la méthode du rapport d'intensité de référence (Connolly, 2003). Cette méthode semi-quantitative repose sur la relation entre l'intensité intégrée d'un pic caractéristique d'une phase et sa fraction massique dans l'échantillon. L'intensité mesurée pour chaque phase est normalisée à l'aide de la constante RIR correspondante, tabulée dans les bases de données cristallographiques (ICDD PDF), en prenant l'Al₂O₃ comme référence standard. Les valeurs utilisées sont présentées dans le Tableau 3.2 :

Tableau 3.2 Paramètres de quantification (méthode RIR)

Phase	Fiche ICDD	RIR	Densité (g/cm ³)
α -Al	04-012-7848	4.7	2.3
Si	00-026-1481	4.1	2.7
AlN	01-086-8211	1.6	3.2
β -Al ₅ FeSi	00-049-1499	0.5	3.1
γ -Al ₃ FeSi ₂	04-009-4423	1.4	3.6

Pour une phase donnée i , l'intensité intégrée du pic sélectionné I_i est d'abord corrigée en la divisant par sa constante de référence RIR_i . La même opération est appliquée à l'ensemble des phases j présentes dans l'échantillon. La fraction massique de la phase i est alors obtenue en divisant sa contribution corrigée par cette somme totale, comme illustré dans l'équation 3.1 :

$$w_i = \frac{\left(\frac{I_i}{RIR_i}\right)}{\sum_{j=1}^n \left(\frac{I_j}{RIR_j}\right)} \quad (3.1)$$

Les fractions massiques obtenues ont ensuite été converties en fractions volumiques en utilisant les densités théoriques des différentes phases. Le paramètre de maille a de la phase α -Al a été déterminé à partir des positions des pics de diffraction (111), (200), (220) et (311) par

la méthode d'extrapolation de Nelson–Riley. Pour chaque pic, la distance interréticulaire d_{hkl} a été calculée à partir de la loi de Bragg ($n\lambda = 2d \sin \theta$), qui relie la position angulaire du pic à l'espacement des plans cristallins. La longueur d'onde utilisée correspond au rayonnement Cu K α ($\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$), et l'ordre de diffraction a été pris égal à $n = 1$. Pour une structure cubique face centrée, telle que celle de l' α -Al, le paramètre de maille apparent a ensuite été calculé à l'aide de l'équation cristallographique 3.2

$$a = d\sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \quad (3.2)$$

3.5.2 Caractérisation microstructurale

La microstructure des échantillons a été analysée à l'aide d'un microscope optique numérique Keyence VHX-7000 (Figure 3.7a). Pour chaque condition expérimentale, dix micrographies ont été acquises à un grossissement $\times 1000$ (Figure 3.7b). Les images ont ensuite été traitées par analyse d'image à l'aide du logiciel intégré au microscope (VHX Analysis). Un outil de sélection automatique intégré au logiciel VHX Analysis a été utilisé pour identifier la phase silicium (Si). Après sélection d'une particule de Si, le logiciel détecte automatiquement les zones présentant un niveau de gris similaire, qui apparaissent alors en rouge (Figure 3.7c). Cette procédure de segmentation permet d'isoler la phase Si de la matrice α -Al et des autres phases présentes, puis de calculer automatiquement la fraction surfacique, l'aire des particules et leur diamètre équivalent.

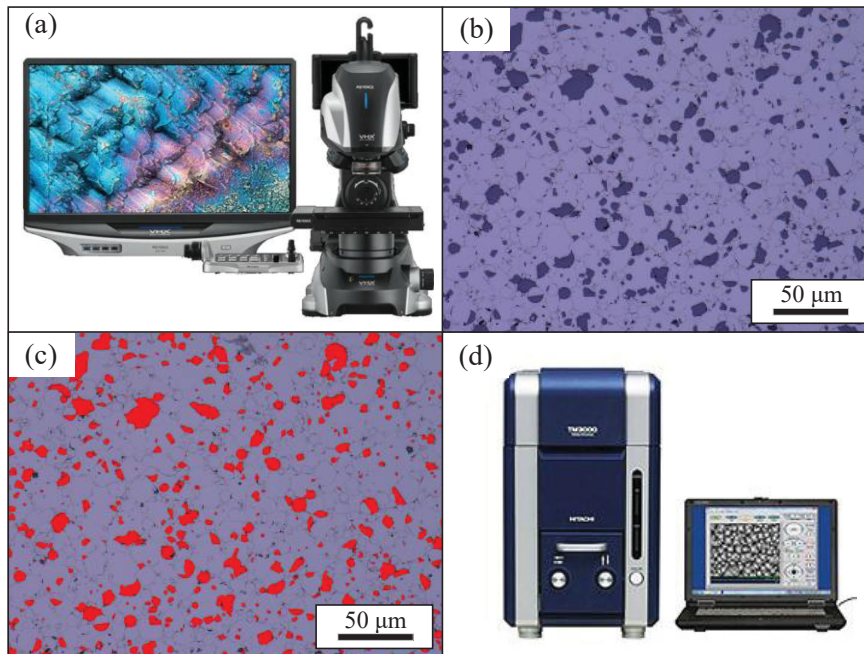


Figure 3.7 (a) Microscope optique numérique Keyence VHX-7000 ; (b) micrographie initiale ; (c) Segmentation de la phase Si et (d) Microscope électronique à balayage (MEB) Hitachi TM3000

Des observations complémentaires ont été réalisées à l'aide d'un microscope électronique à balayage (MEB) Hitachi TM3000 (Figure 3.7d) équipé d'un détecteur d'électrons rétrodiffusés (BSE). Afin d'identifier la phase Si, des analyses EDS (Energy Dispersive Spectroscopy) ont été effectuées en parallèle. Des ajustements de contraste ont également été réalisés lors de l'acquisition des images afin de mieux distinguer le Si des autres phases présentes dans la microstructure.

Pour la caractérisation des intermétalliques riches en fer, la même méthodologie que pour la phase Si a été appliquée. Des micrographies optiques ont été acquises à l'aide du microscope Keyence VHX-7000 (Figure 3.7a) à un grossissement de $\times 100$ afin d'examiner la distribution et la morphologie de ces phases. Par la suite, des analyses ponctuelles EDS ont été réalisées à l'aide du microscope électronique à balayage Hitachi TM3000 (Figure 3.7d) afin de déterminer la composition chimique locale et d'estimer la stœchiométrie des intermétalliques observés.

La révélation des grains d' α -Al a été effectuée par analyse EBSD au microscope électronique à balayage Hitachi SU-70 (Figure 3.8a). Les cartographies ont été acquises avec un pas de balayage de $0,3 \mu\text{m}$ et les joints de grains ont été définis à partir d'un angle de désorientation minimal de 15° . Lors du traitement des données, des difficultés sont apparues dans la

discrimination entre la matrice α -Al et la phase Si. La faible différence de numéro atomique, ainsi que la qualité locale du signal de Kikuchi, ont peut-être conduit à des erreurs d'indexation. Certaines régions d'aluminium ont été indexées comme silicium et inversement, ce qui a rendu la détermination fiable de la taille des grains d' α -Al à l'aide du logiciel Tango associé au Hitachi SU-70 plus difficile. À cet effet, Les particules de Si ont été mises en évidence en noir sur les images EBSD (Figure 3.8b), puis un traitement d'images a été réalisé à l'aide du logiciel ImageJ. Les micrographies ont été converties en niveaux de gris (Figure 3.8c) et un ajustement du contraste a été appliqué afin d'améliorer la visibilité des joints de grains. Une segmentation morphologique basée sur l'algorithme de watershed a ensuite été utilisée pour définir le contour de chaque grain d' α -Al (Figure 3.8d). Chaque grain segmenté a été associé à un numéro (indiqué en rouge sur la Figure 3.8d) et caractérisé par une aire individuelle, permettant le calcul du diamètre équivalent ainsi que l'établissement de la distribution granulométrique.

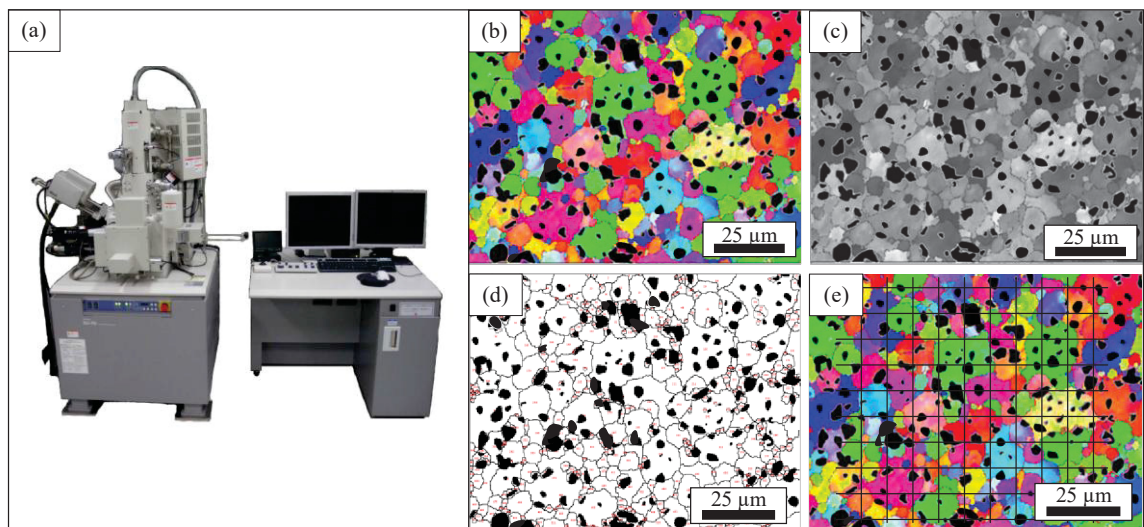


Figure 3.8 (a) Microscope électronique à balayage Hitachi SU-70 ;
 (b) Carte EBSD ; (c) Transformation binaire après traitement d'image ;
 (d) Identification des joints de grains à l'aide de l'algorithme de watershed et (e) Application de la méthode ASTM E112

De manière complémentaire, la taille moyenne des grains d' α -Al a été déterminée par la méthode des intersection linéaires conformément aux principes de la norme ASTM E112. Une grille composée de 20 lignes, espacées uniformément, (10 horizontales et 10 verticales) a été superposée à la micrographie EBSD (Figure 3.8e). Le nombre total d'intersections N a été calculé en comptant une valeur de 1 chaque fois qu'une ligne coupe clairement un joint de

grain d' α -Al. Lorsqu'une ligne débute ou se termine exactement sur un joint de grain, ou qu'elle est tangente à celui-ci, l'intersection a été comptée comme 0.5. Les intersections correspondant aux particules ou aux zones de silicium (Si) n'ont pas été prises en considération. La longueur moyenne d'interception \bar{l}_{Al} a ensuite été calculée à partir de l'équation 3.3 :

$$\bar{l}_{Al} = \frac{L \times \%Surf}{N \times M} \quad (3.3)$$

où L représente la longueur totale réelle des lignes tracées, $\% Surf$ correspond à la fraction surfacique de la phase α -Al, N désigne le nombre total d'intercepts mesurés aux joints de grains, et M est le facteur de grossissement de l'image, utilisé pour convertir les longueurs mesurées sur l'écran en dimensions réelles de la microstructure. Enfin, le numéro de taille de grain G a été déterminé à partir de l'équation logarithmique 3.4 :

$$G = -6.6439 \log(\bar{l}_{Al}) - 3.288 \quad (3.4)$$

En utilisant le Tableau 4 de la norme ASTM E112, le numéro de taille de grain G peut être converti en diamètre moyen équivalent des grains. La révélation des joints de particules a été réalisée par attaque électrolytique dans une solution de Barker (décrite au chapitre 4). L'échantillon a été immergé dans la solution et connecté comme anode, tandis que la cuve a servi de cathode. Une alimentation électrique en courant continu (DC) a été appliquée avec une tension de 20 V et un courant de 500 mA pendant 90 s.

3.6 Propriétés mécaniques

Les propriétés mécaniques ont été évaluées par des essais de traction et de dureté conformément aux normes ASTM E8/E8M et ISO 6507-1 : 2023, respectivement. Pour les essais de traction, les échantillons ont été initialement frittés sous forme rectangulaire, comme illustré dans la Figure 3.9a, puis usinés selon une géométrie miniature plate de type os de chien, dont la validité a été démontrée par Ten et al. (Jason Ten, Liu, Li Seet, & Sharon Nai, 2022). Afin d'éviter toute redondance, les dimensions détaillées de l'éprouvette de traction ne sont pas reprises ici et sont présentées dans l'article inclus au chapitre 4.

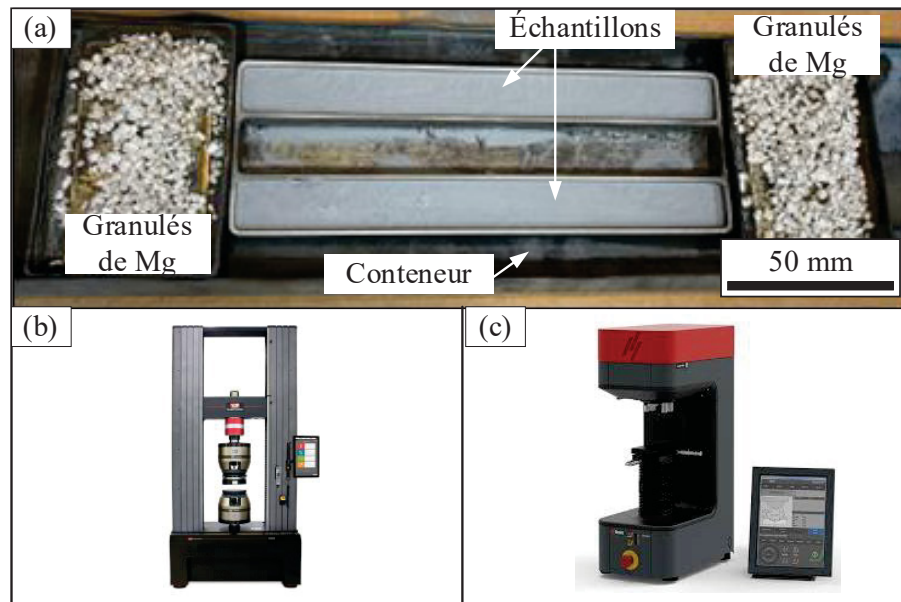


Figure 3.9 (a) Dispositif de frittage des échantillons rectangulaires ; (b) machine universelle Instron 100 kN et (c) duromètre DuraVista-40

Les essais de traction ont été réalisés à température ambiante à l'aide d'une machine universelle Instron d'une capacité de 100 kN, sur deux éprouvettes pour chaque condition (Figure 3.9b). Les mesures de dureté Vickers ont été effectuées à l'aide d'un duromètre DuraVista-40 (Figure 3.9c). Pour la poudre, des indentations micro-Vickers ont été réalisées au centre de six particules en appliquant une charge de 0,025 kg. Pour les échantillons frittés, une charge de 2 kg a été utilisée. Six indentations ont été effectuées sur chaque échantillon, en respectant un espacement minimal équivalent à six fois la longueur de la diagonale entre deux empreintes et à trois fois la diagonale entre une empreinte et le bord de l'échantillon, conformément aux exigences de la norme ISO 6507-1: 2023.

3.7 Avant-propos du chapitre 4

Le chapitre 4 présente l'article qui a été soumis pour publication en mars 2026 dans la revue « *Materials Science and Engineering A* ». Cet article a pour objectif d'analyser l'influence de la température de frittage sur l'évolution microstructurale et les propriétés mécaniques de l'alliage AlSi10Mg élaboré par frittage supersolidus en phase liquide (SLPS). Ma contribution à cet article a porté sur la réalisation des essais expérimentaux, l'analyse des résultats ainsi que

la rédaction du manuscrit. Les coauteurs de cet article sont mes directeurs de recherche, M. Vincent Demers et Mme Alena Kreitchberg, qui m'ont encadré durant toutes les phases du projet, y compris l'analyse, la rédaction et la révision scientifique de l'article, ainsi que mon collègue Abdelberi Chandoul, étudiant à la maîtrise, qui a réalisé le frittage des échantillons au Centre national de recherches du Canada (CNRC). M. Roger Pelletier, agent de recherche au CNRC, a contribué à la conceptualisation du projet ainsi qu'à la validation du manuscrit.

CHAPITRE 4

EFFECT OF SINTERING TEMPERATURE AND ARTIFICIAL AGING ON THE MICROSTRUCTURE AND MECHANICAL PROPERTIES OF AlSi10Mg ALLOY

Mohamed Khaled Trigui ^a, Alena Kreitchberg ^a, Abdelberi Chandoul ^a, Roger Pelletier ^b,
Vincent Demers ^a

^a Département de génie mécanique, École de technologie supérieure,
1100 Notre-Dame Ouest, Montréal, QC, Canada H3C1K3

^b National Research Council of Canada,
75 Bd de Mortagne Boucherville, QC, Canada J4B 6Y4

Article soumis à journal of Materials Science and Engineering A, mars 2026

4.1 Abstract

This study investigates the correlation between sintering temperature, microstructure, and mechanical properties in AlSi10Mg alloy produced by supersolidus liquid phase sintering (as-sintered state) and subsequent artificial aging (aged state). Sintering was performed at 571, 575, and 579 °C under a nitrogen atmosphere using different heating rates (0.5 and 3 °C/min) for a total duration of approximately 5 h, followed by a 2 h dwell at the sintering temperature before cooling at 5 °C/min for ~12 h. These parameters correspond to the thermal window yielding the highest densification. At low sintering temperature, the alloy exhibits a relatively fine α -Al grains with uniformly distributed globular Si precipitates, whereas intermediate temperature promotes Si coarsening. At higher temperature, excessive liquid formation leads to coarse α -Al grains and the development of partially interconnected Si networks. Moreover, Fe-rich β -Al₅FeSi intermetallics progressively coarsen and elongate with increasing sintering temperature. In the as-sintered state, the modest mechanical properties result from coarse α -Al grain size and subgrain structure, as well as from the size, morphology, and distribution of the Si phase. After artificial aging (at 160 °C for 6 h following solution treatment at 530 °C for 30 min), the hardness and ultimate tensile strength were almost double (going from 44 ± 1 to 103 ± 2 HV and from 121 ± 1 to 273 ± 40 MPa), while the ductility decreased slightly from about

2%. Meanwhile, α -Al grain size and Si morphology remained unchanged and Fe-rich intermetallics partially transformed into the more stable γ -Al₃FeSi₂ phase.

Keywords:

Aluminum, AlSi10Mg alloy; supersolidus liquid-phase sintering; α -Al grain; silicon morphology; Fe-rich intermetallics.

4.2 Introduction

AlSi10Mg is a lightweight alloy composed of about 89–91% aluminum, 9–11% silicon, and 0.2–0.45% magnesium (Deutsches Institut für Normung e. V. (DIN), 2020). It is well known for its low density, good conductivity, high mechanical strength, and corrosion resistance (EOS GmbH, 2021 ; Ramavajjala et al., 2024). Owing to these attractive properties, this alloy is widely employed in the aerospace, automotive, and electronics industries, where it enables the design of complex and lightweight components (Dash & Chen, 2023 ; Singhal, Shelly, Babbar, Lee, & Park, 2024). The components can be fabricated using several manufacturing routes, including casting, additive manufacturing (AM), and powder metallurgy (PM), each of which results in distinct microstructure features and mechanical properties.

The relatively high silicon content (~10 wt. %) provides AlSi10Mg with excellent castability, allowing the production of geometrically complex components (V, Baloor, Polishetty, Bolar, & Govindhan, 2025). However, the alloy's microstructure and mechanical properties are strongly dependent on solidification conditions. In casting, α -Al dendrites are surrounded by an interdendritic eutectic Al + Si network, within which secondary phases such as Mg₂Si and Fe-rich intermetallics precipitate (Shakil et al., 2021). Under the slow cooling conditions typically observed in gravity casting, eutectic silicon solidifies into a coarse acicular structure, while Fe-rich intermetallics commonly form needle- or plate-like phases (M. H. Abdelaziz, Samuel, Doty, & Samuel, 2020 ; Dahle, Nogita, McDonald, Dinnis, & Lu, 2005 ; Jiang & Yu, 2019 ; Neuser, Schaper, & Grydin, 2023 ; Obara et al., 2023). These coarse microstructure features and the presence of elongated phases significantly reduce the mechanical performance of the produced parts (Campbell, 2025 ; Cao & Campbell, 2006). In contrast, the higher cooling

rates (10^2 °C/s in the shot sleeve and up to 10^3 °C/s in the die) experienced during high-pressure die casting (HPDC) refine the eutectic network. Silicon appears in fibrous or short rod-like morphology, and the α -Al grains become significantly finer (F. Liu, Zhao, Yang, & Sun, 2019). Although these refinements enhance the mechanical strength, improvements in ductility are limited or may even be reduced (L. Li, Li, Feng, Zhang, & Kang, 2020). In addition, increasing cooling rates generally produce finer and more rounded Fe-rich intermetallics, which, while having no impact on the mechanical strength, are known to reduce crack sensitivity (Shen et al., 2022).

Laser powder bed fusion (LPBF) produces a unique microstructure in AlSi10Mg alloy. Indeed, extremely high cooling rates (10^4 to 10^5 °C/s) lead to fine columnar α -Al grains along and a continuous, interconnected eutectic Si network with small Fe-rich particles (Delahaye et al., 2019 ; P. Li et al., 2021 ; Santos Macías et al., 2020 ; Yan, Song, & Shi, 2020). This microstructure imparts superior tensile strength, but exhibits pronounced anisotropy and limited ductility as compared to cast parts (Z. Li et al., 2019). However, LPBF-processed alloys develop high residual stresses, and their microstructure undergoes significant changes during post-processing treatments (Daoud et al., 2025 ; Roveda, Serrano-Munoz, Mishurova, et al., 2022 ; Roveda, Serrano-Munoz, Kromm, & Madia, 2022 ; Siqi et al., 2023). Moreover, solution heat treatment disrupts the fine eutectic network, leading to Si spheroidization and transformation of the π -Al₈Si₆Mg₃Fe phase into coarse β -Al₃FeSi (Ilangoan, Amirthalingam, Krishnaswamy, & Kottada, 2025 ; Zhou et al., 2018). While fragmentation and spheroidization of coarse eutectic Si generally enhance hardness and tensile strength in cast Al-Si alloys, coarsening of Si during solution treatment of LPBFed alloys significantly reduces mechanical performance. Although subsequent aging promotes Mg₂Si precipitation, the overall hardness typically remains below that reached in the as-built state (W. Liu et al., 2022 ; Wu et al., 2022).

Powder metallurgy (PM) offers an alternative processing route for AlSi10Mg. Gas- or plasma-atomized powders, similar to those used in LPBF, consist of a supersaturated α -Al matrix decorated by a fine eutectic Si network (Gao et al., 2019). Unlike LPBF, PM consolidation occurs at lower temperatures and can preserve the equiaxed grain structure of the atomized powder. In this case, microstructure evolution is primarily governed by Si morphological

transformation and the formation of Fe-rich intermetallic phases. Recent studies on AlSi10Mg alloys consolidated by spark plasma sintering have shown that increasing the solid-state sintering temperature to the 475–550 °C range initially promotes the formation of fine Si precipitates (2–4 µm), resulting in a 5 % improvement in hardness. However, they also show that any sintering performed above 525 °C leads to grain growth and has a negative impact on the hardness (Kong, Wang, Li, & Li, 2024 ; Rong et al., 2023).

The supersolidus liquid phase sintering (SLPS) represents another promising PM technique for processing AlSi10Mg alloys. By introducing controlled partial melting along α -Al grain boundaries, SLPS helps overcome the native oxide layer, enhances particle bonding, and promotes densification. This approach is particularly attractive for other additive manufacturing technologies, such as material extrusion and binder jetting, which rely on powder consolidation via partial melting. Although our previous work demonstrated the influence of the SLPS temperature, heating and cooling rates, and dwell time on the densification behavior of AlSi10Mg (Kreitzberg, Trigui, Chandoul, Pelletier, & Demers, 2025), its effect on the microstructure and mechanical properties continues to be insufficiently explored. In particular, the relationships between sintering parameters, α -Al grain growth, evolution of Si and Fe-rich phase, and the resulting mechanical properties are not well understood. Accordingly, the present study investigates the effect of sintering temperature and artificial aging on the microstructure and mechanical properties of SLPS-processed AlSi10Mg alloy.

4.3 Materials and methods

4.3.1 Powder

The plasma-atomized AlSi10Mg powder (AP&C, GE Additive, Canada), shown in Figure 4.1a, was used in this study. This high-sphericity powder exhibits a quadrimodal particle size distribution presented in Figure 4.1b in percentiles at $D_{10} = 5 \mu\text{m}$, $D_{50} = 16 \mu\text{m}$, and $D_{90} = 42 \mu\text{m}$. The chemical composition of the dry powder provided by the manufacturer

is listed in Tableau 4.1 and complies with the DIN EN 1706 (EN AC-43000) standard (Deutsches Institut für Normung e. V. (DIN), 2020).

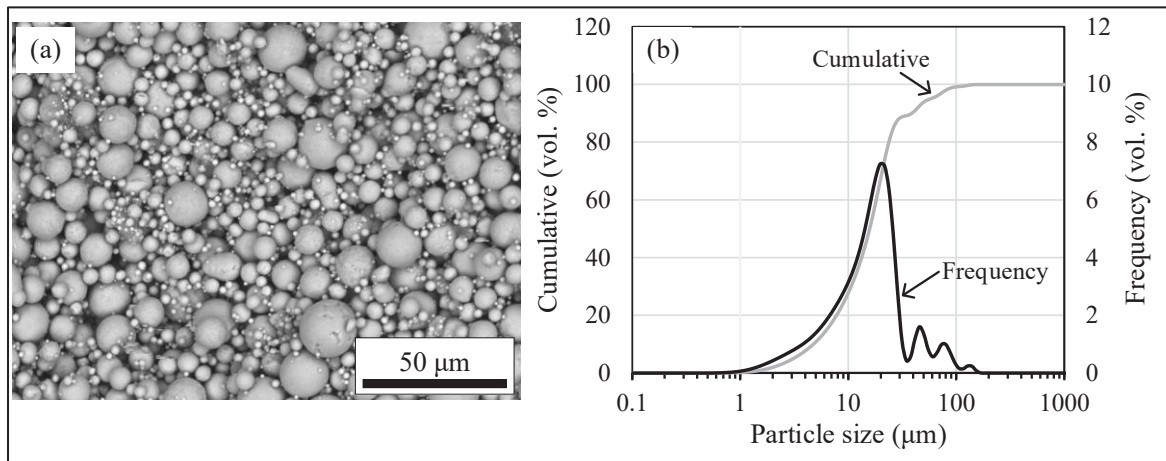


Figure 4.1 (a) SEM morphology of AlSi10Mg powder, (b) particle size distribution

Tableau 4.1 Chemical composition of the AlSi10Mg powder (wt. %)

Al	Si	Mg	Ti	Fe	Mn	Cu	Ni	Zn	Sn	Pb
Bal.	10.3	0.35	0.15	0.17	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01	<0.01

4.3.2 Sintering and heat treatment

Loose powder was poured into a stainless steel cylindrical mold (\varnothing 15 x H 10 mm), manually compacted, and placed on a stainless steel setter together with Mg pellets (~20 g in total) as illustrated in Figure 4.2a. This setup was introduced into a tube furnace (Lindberg Model 54579) and sintered under a continuous flow (5 L/min) of ultra-high-purity nitrogen. Nitrogen gas was purified using a two-stage purification system consisting of a gas purifier system (Centor Model 2A-100-SS) to reduce oxygen content below 10^{-11} ppm, and Mg pellets used as an oxide getter to further lower oxygen partial pressure during sintering.

Samples were processed using the sintering profiles presented in Figure 4.2b. Each cycle consisted of three heating segments taking about 7.5 h, followed by gas cooling steps taking an additional 10 h. In that context, the samples were heated at a rate of 3 °C/min to 350 °C and maintained for 30 minutes before repeating a similar cycle up to 450 °C (same heating rate and time). After this second plateau, the heating rate was decreased to 1 °C/min, followed by a second decrease at 0.5 °C/min, i.e., 10 °C before reaching the sintering temperature, in order to minimize the temperature overshoot seen in Figure 4.2c. Based on prior optimization reported in (Kreitzberg et al., 2025), the maximum sintering temperature was varied from 571 to 579 °C and maintained for 2 h. Cooling was programmed at 5 °C/min down to 100 °C, followed by natural cooling to room temperature. The sintered samples shown in Figure 4.2d-f were cut along the central vertical plane.

Three sample halves were set aside (three samples in as-sintered condition), while the other three were heat treated and artificial aged (three samples in the artificial aging condition). To that end, the solution treatment was performed at 530 °C for 30 min, followed by water quenching and aging at 160 °C for 6 h, both using a refractory furnace (Thermo Scientific Thermolyne F48000).

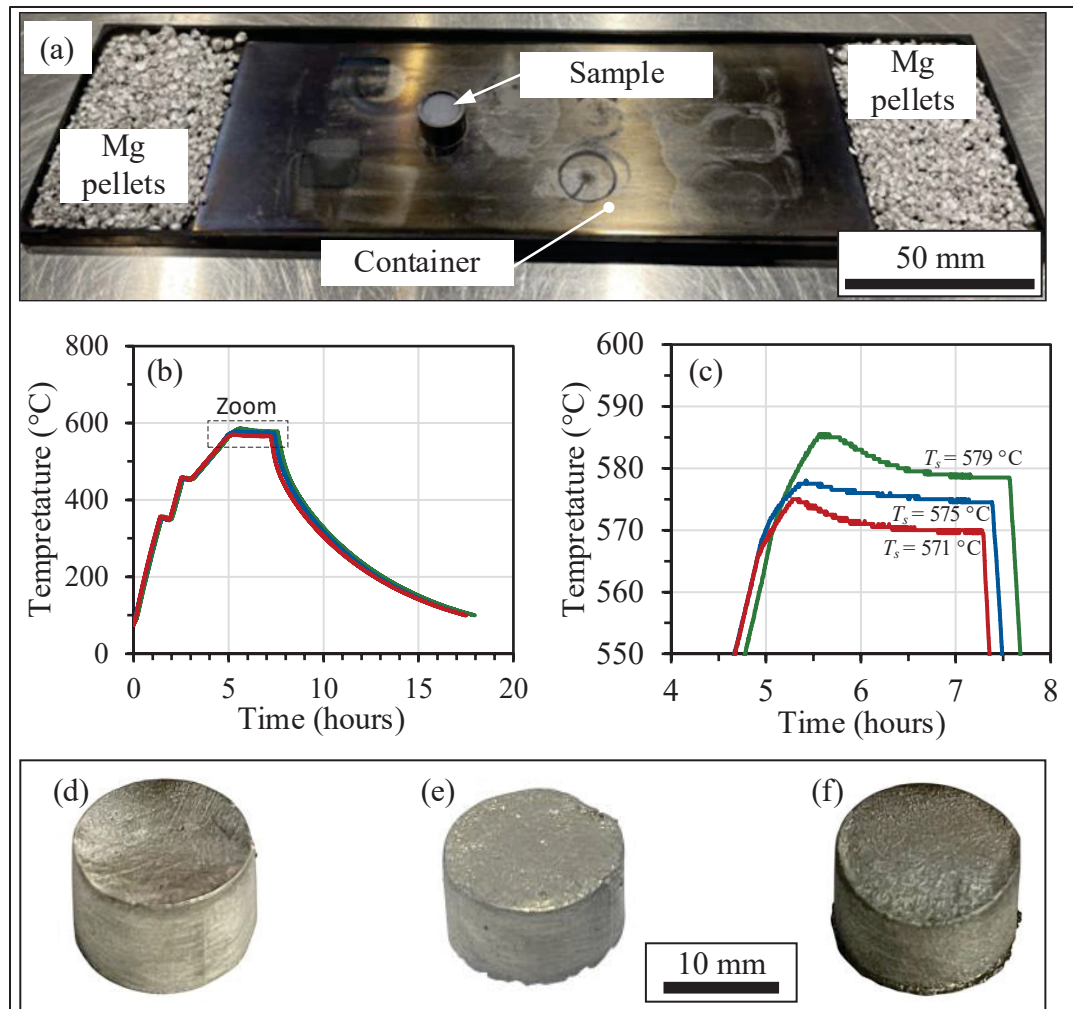


Figure 4.2 Experimental setup for the sintering process, (b-c) temperature profiles for sintering performed at 571, 575, and 579 °C, and (d-f) dense cylindrical samples after sintering

4.3.3 Metallographic characterization

Each half of samples were prepared following the metallographic procedure described in the ASTM E3 standart (ASTM E3–11: Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens, 2017). Grinding was performed using SiC abrasive papers (320 to 1200 grit, MetLab), followed by a rough polishing with a diamond suspension (3 and 1 μm , Struers) and a fine polishing with a fumed silica suspension (OP-S, 0.25 μm , Struers). For powder characterization, a small amount of powder was placed in a mounting mold, and embedded in epoxy resin by cold mounting to prepare a cross-section for metallographic analysis. The

mounted powder was then ground and polished using a closely similar procedure as for the sintered samples.

Phase identification was performed using X-ray diffraction (XRD) on an Anton Paar XRDynamiX 500 diffractometer equipped with a Cu K α radiation source. Scans were carried out over a 2θ 10–85° range, using a step size of 0.01° and an acquisition time of 100 ms per step. The volume fraction of each phase was estimated using the reference intensity ratio method described in (Connolly, 2003). This semi-quantitative approach relates the integrated peak intensity of each phase to that of a reference standard (Al₂O₃) using a known constant.

Metallographic analyses of Si precipitates were carried out using a Keyence VHX digital microscope. To that end, ten images were acquired from each sample, covering a total area of about 1710 × 1070 μm , encompassing approximately 400 to 10,000 Si precipitates, depending on the sintering temperature. Image analysis was performed using Keyence VHX Analyzer software (VHX-7000 Series) to quantify the surface fraction and equivalent diameter of the Si precipitates.

Observation of Fe-rich intermetallic was performed using a Hitachi TM3000 scanning electron microscope (SEM). Energy-dispersive X-ray spectroscopy (EDX) was also used to confirm the phase composition.

The α -Al grains were characterized using Electron Backscatter Diffraction (EBSD) analysis performed on a Hitachi SU-70 SEM with a step size of 0.3 μm . Before these EBSD analyses, an additional ultra-fine polishing step using colloidal silica (0.05 μm for 10 h) was applied. The magnification was set to ×1000 for samples sintered at 571 and 575 °C, and ×500 for sample sintered at 579 °C. In addition, the samples were electro-etched using Barker's reagent (5% HF solution containing boric acid, prepared from 5 mL of 48% HF, 200 mL of distilled water, and 1.5 g of H₃BO₃) for 90 s at 24 V and 30 mA to reveal the particle boundaries and assess the visibility of the internal grain structure. The average grain size, obtained from EBSD, was determined using two complementary approaches. The first method involved ImageJ-based image analysis, in which individual grain areas and equivalent diameters were measured. The second method followed ASTM E112 (ASTM E112-10: Standard Test Methods for

Determining Average Grain Size, 2010), applying the linear intercept technique to obtain a statistically representative grain size.

Vickers hardness measurements were performed using a DuraVista-40 durometer. For the powder, micro-Vickers indentations were made at the center of six particles using a 0.025 kg load, while a 2 kg load was used for the sintered samples. Six indentations were performed on each sample, ensuring a minimum spacing of 6 and 3 times the diagonal length of the Vickers indent between two indents and between the sample edges and the indent, respectively (as specified in ISO 6507-1:2023 (International Organization for Standardization, 2023)).

Tensile tests were performed on samples sintered at 575 °C, before and after artificial aging, using the subsize flat dog-bone specimen presented in Figure 4.3, designed in accordance with ASTM E8/E8M (E28 Committee, s.d.). The tests were carried out on an Instron 100 kN universal testing machine. For each condition, three samples were tested.

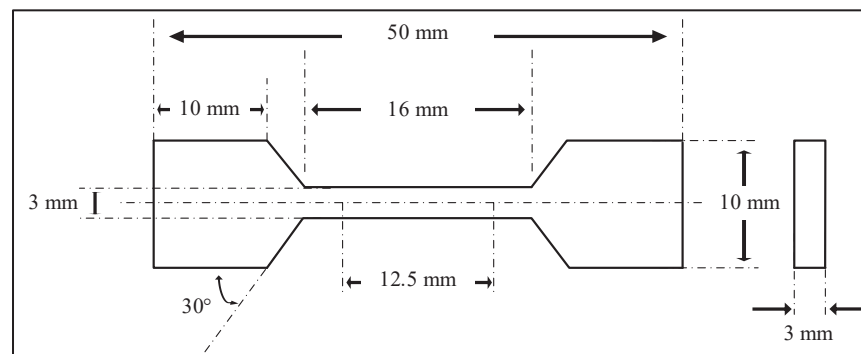


Figure 4.3 Subsize tensile specimen geometry

4.4 Results and discussion

4.4.1 Phase analyses

The XRD diffractograms of the powder, the as-sintered, and the aged samples are presented in Figure 4.4. In all conditions, the most intense peaks correspond to the α -Al and Si phases, identified as ICDD 04-012-7848 and ICDD 00-026-1481, respectively (International Centre for Diffraction Data (ICDD), 1976 ; International Centre for Diffraction Data (ICDD), 2011). In the starting powder (black curve in Figure 4.4a), only these two phases were detected. The lattice parameter, $a = 4.0460 \pm 0.0004 \text{ \AA}$, of the α -Al phase was calculated using (111), (200),

(220), and (311) diffraction peaks and corrected using the Nelson–Riley extrapolation method. After sintering, the lattice parameter of the α -Al phase increased to $a = 4.0485 \pm 0.0003$, 4.0480 ± 0.0003 , and 4.0486 ± 0.0004 Å for samples sintered at 571, 575, and 579 °C, respectively. This indicates that the powder contains a supersaturated α -Al solid solution of Si, likely formed during the rapid solidification associated with the plasma atomization process. During sintering, partial melting facilitates Si distribution, resulting in partial removal from the α -Al lattice and a corresponding increase in the lattice parameter. Following aging, the Mg_2Si phase has no measurable effect on the α -Al lattice parameter, which remains in the range of 4.0480 to 4.0486 Å, i.e., values nearly identical to those measured in the as-sintered condition.

In the as-sintered state, the Si diffraction peaks become stronger relative to the α -Al peaks, as compared to the peaks measured from the starting powder. As shown in Figure 4.4b (zoomed view between 15 and 55°), additional diffraction peaks, which were absent in the starting powder, appeared after sintering. Weak peaks the 2θ 33.24–36.07° range correspond to the hexagonal AlN phase, marked by black dots in Figure 4.4b (ICDD 01-086-8211; $a = 3.11$ Å, $b = 3.11$ Å, $c = 4.98$ Å) (International Centre for Diffraction Data (ICDD), 2011). This phase formed during sintering in a nitrogen atmosphere and has previously been reported in (Kreitzberg et al., 2025). Furthermore, peaks located at 17.03, 20.78, 34.79, 41.38, 41.98, 43.91, and 50.04° were attributed to Fe-rich intermetallics, mainly the β - Al_3FeSi phase, indicated by red squares in Figure 4.4b (ICDD 00-049-1499, and monoclinic, $a = 5.80$ Å, $b = 12.27$ Å, $c = 3.31$ Å) (International Centre for Diffraction Data (ICDD), 1970). Note that the AlN and β - Al_3FeSi phases were present in both the as-sintered and aged conditions.

After aging, four additional weak peaks appeared at 20.67, 27.94, 29.45, and 48.47°, attributable to the γ - Al_3FeSi_2 phase, marked by inverted red triangles in Figure 4.4b (ICDD 00-052-0917; tetragonal, $a = 6.10$ Å, $b = 6.10$ Å, $c = 9.53$ Å) (International Centre for Diffraction Data (ICDD), 2002). No peaks corresponding to Mg_2Si phase, expected at 2θ positions indicated by blue stars in Figure 4.4b (ICDD 01-079-5427), were detected in any condition. This is likely due to the very small size and low volume fraction of Mg_2Si , which are below the detection limit of the XRD technique.

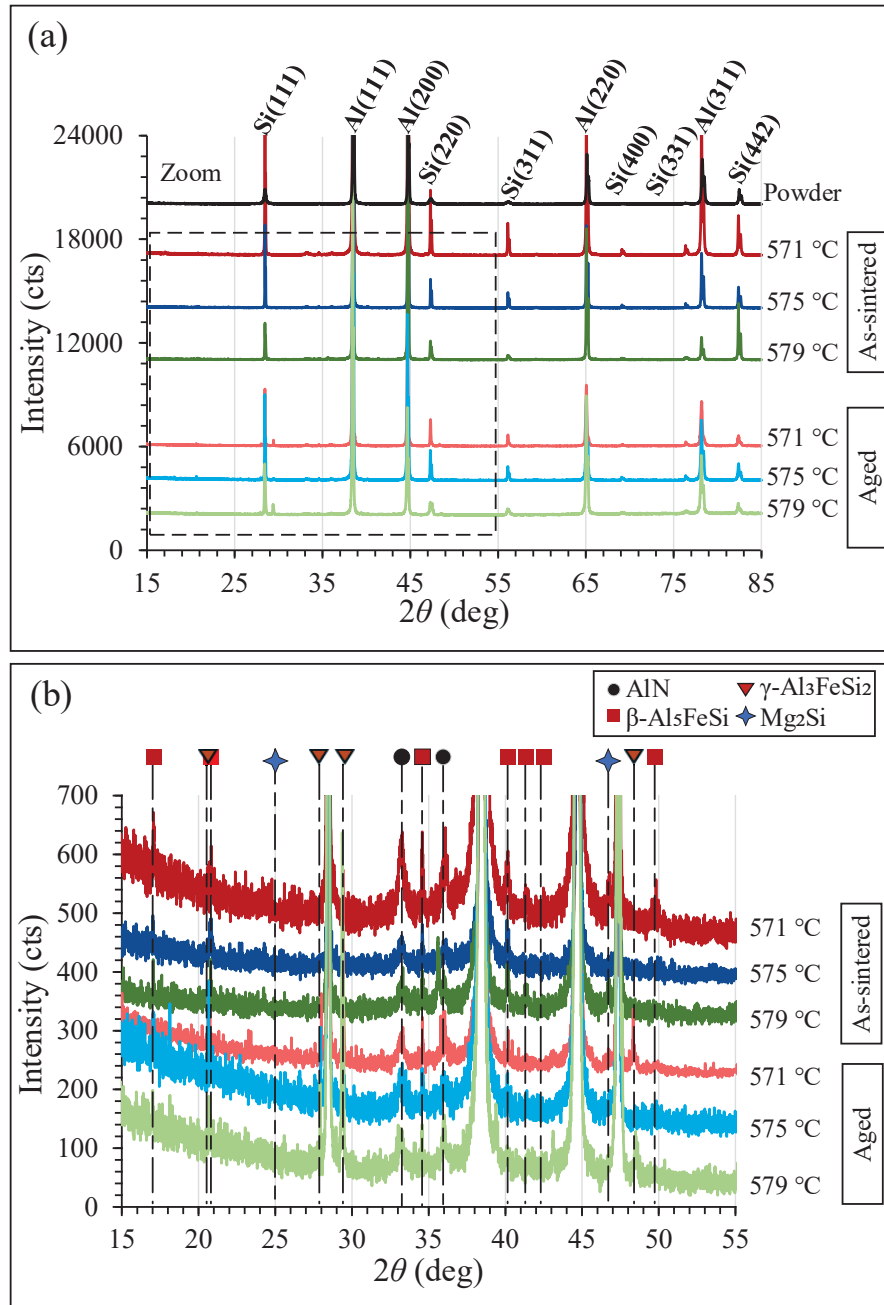


Figure 4.4 XRD patterns of the AlSi10Mg powder and sintered samples ($T_s = 571, 575,$ and 579 °C) in the as-sintered or aged conditions: (a) full diffraction profiles in the 10 – 85° 2θ range; (b) enlarged view of the 15 – 55° region

Quantitative phase analysis was performed on the XRD patterns using the reference intensity ratio method (Connolly, 2003), and the resulting phase volume fractions are summarized in Tableau 4.2. The starting powder is mainly composed of α -Al, with only 3.2 vol. % of Si. This

low Si fraction supports the assumption of a supersaturated α -Al solid solution (i.e., Si fraction < 10.3 vol. %) and is consistent with the smaller lattice parameter of the α -Al-phase calculated for the powder. After sintering at 571, 575 and 579 °C, the Si fraction increased to 11.3, 10.8, and 11.4 vol. %, respectively. As expected, the Si fraction remained nearly unchanged after aging, staying in the 10.4 to 11.0 vol. % range. This range corresponds to the equilibrium state expected for this alloy. The AlN phase exhibited low volume fractions in the as-sintered samples, ranging from 1.8 to 1.9 vol. %. The volume fraction of the β -Al₃FeSi phase in the as-sintered condition was estimated at 4.0 vol. % for the sample sintered at the lowest temperature and increased slightly to 5.6 and 4.8 vol. % for the samples sintered at intermediate and high temperatures, respectively.

Tableau 4.2 Quantitative phase volume fractions (vol. %)

<i>Conditions</i>	<i>Temperature</i>	<i>α-Al</i>	<i>Si</i>	<i>AlN</i>	<i>β-Al₃FeSi</i>	<i>γ-Al₃FeSi₂</i>
<i>Powder</i>	-	96.8	3.2	-	-	-
<i>As-sintered</i>	571 °C	82.9	11.3	1.8	4.0	-
	575 °C	81.8	10.8	1.8	5.6	-
	579 °C	81.9	11.4	1.9	4.8	-
<i>Aged</i>	571 °C	83.4	10.7	1.5	2.2	2.1
	575 °C	83.4	10.4	1.3	3.6	1.2
	579 °C	82.2	11.0	1.7	3.4	1.7

After aging, the fraction of β -Al₃FeSi decreased significantly by ~1.5 - 2 times, reaching values between 2.2 and 3.6 vol. %. Meanwhile, the fractions of the other phases remained essentially unchanged. The reduction in β -Al₃FeSi was accompanied by the appearance of a new γ -Al₃FeSi₂ phase, whose volume fraction almost compensates for the loss of β -Al₃FeSi. These results suggest a partial transformation of the metastable β -Al₃FeSi into the more thermodynamically stable γ -Al₃FeSi₂ during the solution-annealing stage of the aging treatment, driven by Fe and Si diffusion. Similar transformations of Fe-rich intermetallics have been reported in LPBF-processed AlSi10Mg alloys, where the Fe-rich π -Al₈Si₆Mg₃Fe phase detected in the as-built condition decomposed into β -Al₃FeSi after solution treatment at

520 °C for 1h (Zhou et al., 2018). A comparable behavior has also been observed in cast Al-20Si-0.7Fe alloys, in which β -Al₃FeSi formed in the as-cast state transformed into the stable δ -Al₄FeSi₂ phase after solution treatment at 530 °C for 30 min (Que & Mendis, 2020).

4.4.2 Metallographic analyses

Metallographic analyses were conducted using an optical microscope for low-magnification observations and a scanning electron microscope for both low- and high-magnification imaging. The optical micrographs shown in Figure 4.5 reveal the α -Al-matrix (light-colored phase) and its continuous microstructure in the sintered samples, along with pores (black regions) and the Si phase (dark gray spots).

The optical micrographs were first used to visually assess the porosity. No pores were observed within the individual powder particles, as shown in Figure 4.5a. After compaction and sintering, the particles underwent significant rearrangement and interparticle bonding, as illustrated in Figure 4.5b-d, yielding a continuous microstructure and making particle boundaries less distinct. The corresponding sample relative densities, determined via image analysis, are also indicated in Figure 4.5. Sintering at 571 and 575 °C resulted in high densities of 99.3-99.5 %. These values are comparable to those reported for LPBF-processed AlSi10Mg alloys (> 99 %) (Majeed et al., 2020 ; Raus et al., 2017) and slightly exceed typical values for SPS-processed materials (~ 98.8 %) (Ji et al., 2023). However, increasing the sintering temperature to 579 °C caused a ~10 percentage-point drop in density to 89.7 %. The formation of large pores (100-200 μ m) and the resulting density decrease at 579 °C can be attributed to excessive liquid formation during SLPS, uneven liquid distribution, localized overheating, particle clustering, and gas entrapment, phenomena also reported in other studies on SLPS (C.-W. Lin, Hung, Lui, & Chen, 2016). As expected, after aging, the metallurgical continuity and density trends shown in Figure 4.5e-g remain unchanged. The same micrographs were used to quantify the Si phase after sintering and aging.

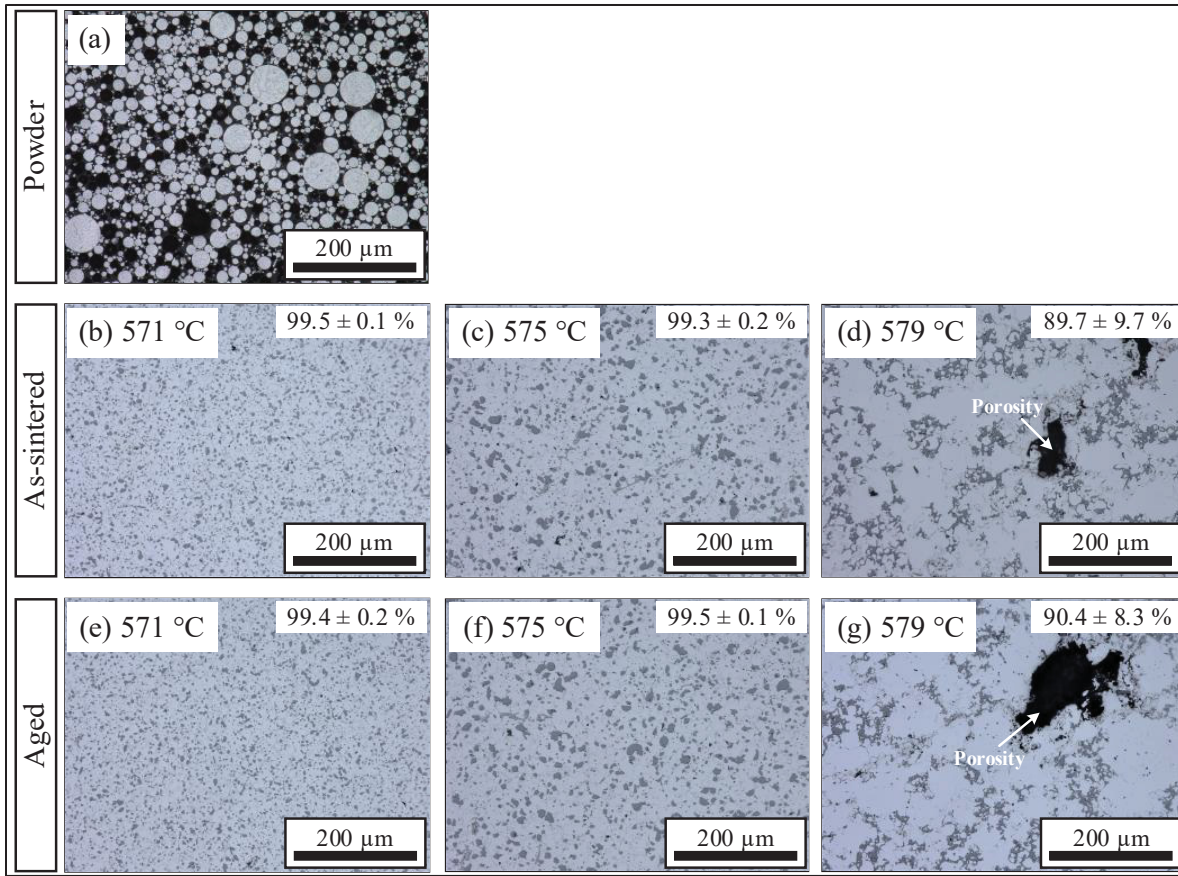


Figure 4.5 Typical optical micrographs of (a) powder and samples sintered at 571, 575 and 579 °C in the (b-d) as-sintered or (e-g) aged conditions

Observation and quantification of the Si phase

A quantitative image analysis of optical micrographs (similar to those shown in Figure 4.5) was used to determine the Si volume fraction. For each condition (as-sintered or aged), ten images were acquired both at the center and near the surface of the samples. These images were then processed by thresholding to measure the gray regions corresponding to the Si phase. In the as-sintered condition, the measured Si fractions were 10.2 ± 1.2 % for sample #1, 11.5 ± 2.1 % for sample #2, and 11.9 ± 2.1 % for sample #3. After aging, a slight decrease was observed in all samples, with Si fractions of approximately 8.7 ± 0.3 %, 9.9 ± 1.1 %, and 10.4 ± 0.9 %, respectively. These trends are consistent with the phase fractions obtained from XRD analysis.

Figure 4.6 represents the Si phase size distributions for these three sintering temperatures, both before and after aging. In the as-sintered state, the sample sintered at 571 °C exhibits a narrow distribution dominated by fine particles with a homogeneous Si dispersion, as shown in Figure 4.6a. Increasing the sintering temperature to 575 °C results in coarsening of the Si phase, as observed in Figure 4.6b, producing a broader distribution with a tail extending toward large particles (up to ~16 μm). The fraction of fine particles (< 2 μm) decreases, while the proportion of coarse particles (> 8 μm) increases, resulting in an average equivalent diameter of 4.6 ± 3.2 μm. This coarsening is attributed to Ostwald ripening, where smaller particles dissolve and precipitate onto larger, more energetically stable particles, as reported in previous works (M. Abdelaziz, Samuel, Doty, & Samuel, 2021 ; Randall M. German, Suri, & Park, 2009). For the sample sintered at 579 °C, the Si size distribution shifts further toward larger sizes and broadens significantly to ~25 μm, increasing the average particle diameter to 7.9 μm, which is almost twice and four times the average diameters observed after sintering at 575 and 571 °C, respectively, as illustrated in Figure 4.6c. After aging, the overall Si size distributions shown in Figure 4.6d-f remained similar to those observed in the as-sintered condition.

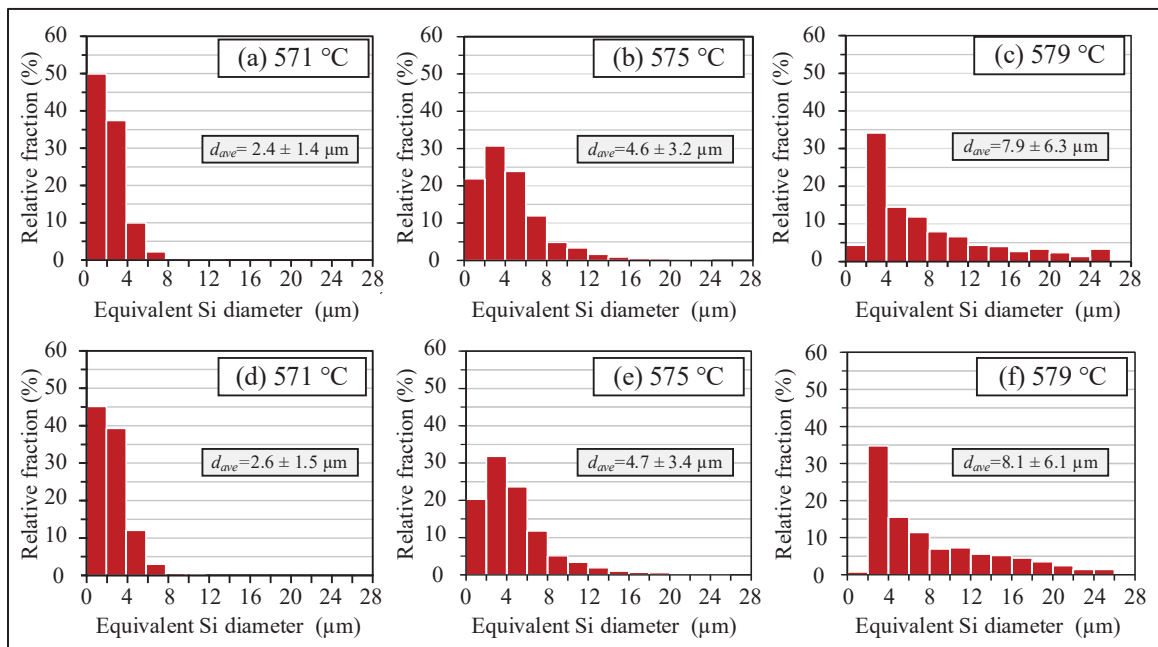


Figure 4.6 Size distributions of Si particles in samples sintered at 571, 575 and 579 °C in the (a-c) as-sintered or (d-f) aged conditions

Higher-magnification SEM observations were carried out, and the images of the powder and sintering samples are presented in Figure 4.7 to study the Si phase morphology. In the starting powder (Figure 4.7a), the Si phase forms a fine and interconnected network along the α -Al, whereas small white regions are associated with a Mg-rich phase. This microstructure is commonly observed following rapid solidification of AlSi10Mg alloys. After sintering at 571 °C, this interconnected network transforms into isolated Si particles uniformly distributed within the α -Al (Figure 4.7b). The coarse particles likely result from spheroidization of the original eutectic Si, while finer particles may form by precipitation from the supersaturated α -Al, as initially detected by XRD analysis of the starting powder. Although this process is commonly referred to as “Si spheroidization,” many particles retain faceted shapes with sharp corners and edges (white arrows in Figure 4.7b).

In samples sintered at 575 °C, SEM observations reveal cracking in some Si particles, highlighted by red dashed outlines in Figure 4.7c. As reported by other research groups (Chen & Thomson, 2010), this cracking may be due to thermal stresses arising from the differences in the coefficient of thermal expansion between α -Al and Si phases, accommodated either by plastic deformation of the ductile α -Al matrix (when no crack is observed in the Si phase) or by cracking of the brittle Si particles.

A further increase in the sintering temperature to 579 °C produced significant changes in the Si morphology, as illustrated in Figure 4.7d. The Si phase becomes irregular, coarse, and preferentially concentrated along particle boundaries. Rather than forming bulky particles, Si transforms into thick, partially interconnected networks resembling coarse primary Si typically observed in hypereutectic alloys. This morphology after high-temperature sintering may be attributed to the formation of an extensive liquid phase (> 80 vol. % according to (Kreitzberg et al., 2025)), in which Si is under thermodynamic conditions that allow it to dissolve and form a Si-rich melt. Local enrichment occurs predominantly near regions originally occupied by fine powder particles due to a high boundary density and an elevated chemical potential. Owing to the coexistence of a partially solid phase and a Si-rich melt, upon cooling the newly formed Si phase develops a morphology different from the typical fibrous/lamellar eutectic Al-Si structure expected in cast AlSi10Mg. After aging, the overall morphology of Si phase shown

in Figure 4.7e-g remains similar to that observed in the as-sintered condition. Note that the SEM images for the Si particles or the Fe-rich particles were acquired under different imaging conditions to selectively enhance the phase contrast.

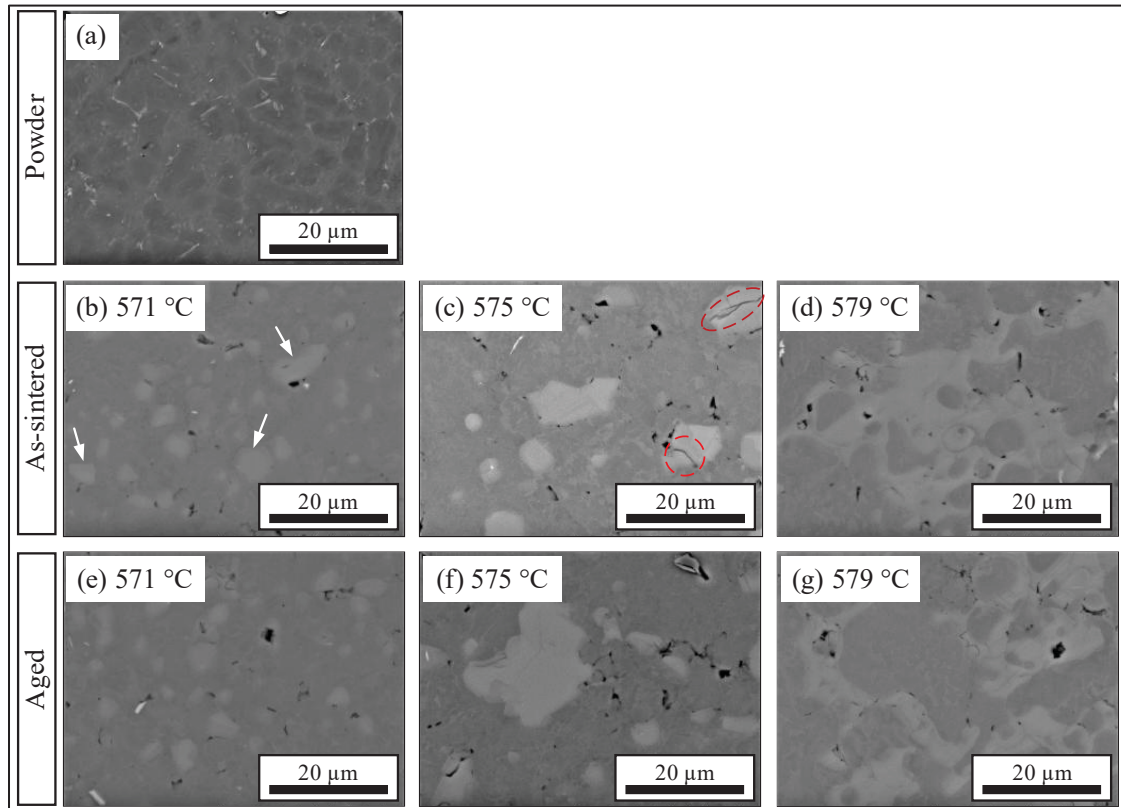


Figure 4.7 High-magnification SEM micrographs (a) powder, and samples sintered at 571, 575 and 579 °C in the (b-d) as-sintered or (e-g) aged conditions

Observation of the Fe-rich phases

SEM imaging was used to investigate the evolution of the size and morphology of Fe-rich phases. Figure 4.8 shows the Fe-rich phases (bright regions) in both the as-sintered and aged samples. The Fe-rich intermetallics are uniformly distributed within the α -Al matrix, but their morphology changes with the sintering temperature. At 571 °C, the Fe-rich phase appears as fine, precipitate-like particles that are barely visible at this low-magnification, as shown in Figure 4.8a. Increasing the sintering temperature to 575 and 579 °C promotes coarsening of the Fe-rich phase, resulting in an elongated morphology (indicated by red dashed outlines in Figure 4.8b-c).

In high-magnification SEM observations, these Fe-rich phases are visible and appear as white regions, as evident in Figure 4.8g-i. After sintering at 571 °C, the morphology is characterized by fine, plate-like particles with typical sizes varying from 1 to 8 μm, as observed in Figure 4.8g. With an increasing sintering temperature to 575 and 579 °C, the Fe-rich phases seen in Figure 4.8h-i locally evolve into script-like morphologies, reaching lengths of over 63 μm. After aging, the overall size and morphology of the Fe-rich intermetallics remain similar to those observed in the as-sintered condition, as shown in the low-magnification micrographs in Figure 4.8d-f and the high-magnification micrographs in Figure 4.8j-l. However, EDS analyses were performed to examine the elemental composition of these phases.

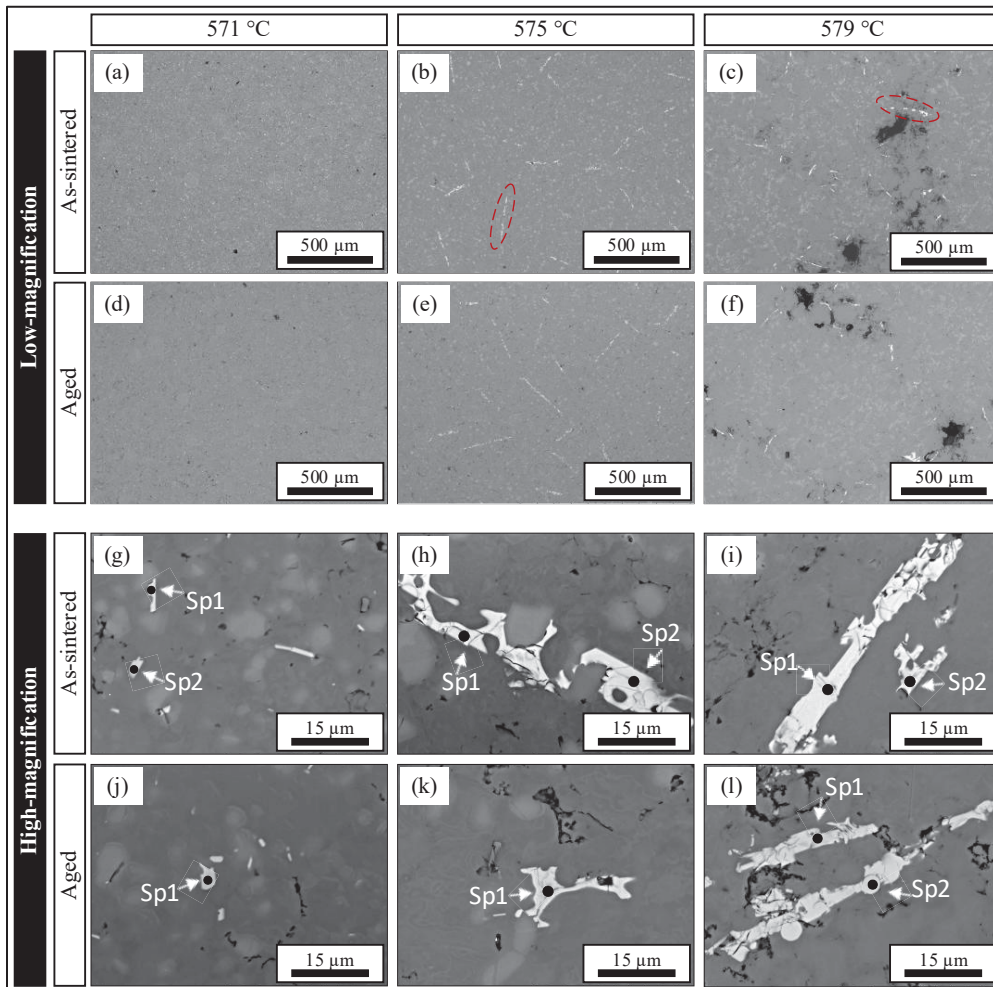


Figure 4.8 Low - and high-magnification SEM images of the samples sintered at 571, 575 and 579 °C in the (a-c) as-sintered or (d-f) aged conditions

As detailed in Tableau 4.3, EDS analysis performed on the “white phase” (marks Sp1 and Sp2 in Figure 4.8g-i) indicates Al, Fe, and Si contents varying between 65-75 at. %, 11-17 at. %, and 14-19 at. %, respectively, with the Fe/Si ratio typically in the 0.78–0.98 range in the as-sintered samples. This composition is consistent with that expected for the β -Al₅FeSi phase. Slight deviations in the Fe and Si contents (i.e., 14 at. % is expected for both elements) could be due to the large interaction volume of EDS analysis, which can sample a volume larger than the phase size and averages compositions from surrounding matrix and precipitates. Although the aging produces no perceptible effect on the size and morphology of the Fe-rich phase, EDS analyses of spectra marked in Figure 4.8j-l reveal a significant decrease in the Fe/Si atomic ratio for several particles, with values ranging from 0.47 to 0.73 (Tableau 4.3). This evolution supports a partial transformation of β -Al₅FeSi into the more stable γ -Al₃FeSi₂ phase, which occurs during solution treatment at 530 °C through solid-state diffusion of Fe and Si, enabling rearrangement of the intermetallic structure (Que & Mendis, 2020). The transformation remains incomplete, as the Fe/Si ratio of 0.73 measured for Sp2 at 579 °C indicates that a fraction of the initial β -Al₅FeSi phase is still present. This partial conversion is likely due to the relatively short solution treatment duration (30 min), which may not provide sufficient time for a complete diffusion-controlled transformation.

Tableau 4.3 EDS analysis

Element (at. %)	<i>As-sintered</i>						<i>Aged</i>			
	571°C		575°C		579°C		571°C	575°C	579°C	
	Sp1	Sp2	Sp1	Sp2	Sp1	Sp2	Sp1	Sp1	Sp1	Sp2
Al	68.3	64.6	67.9	66.1	75.2	66.3	73.2	67.3	81.0	74.0
Si	16.5	19.4	17.3	17.1	13.9	18.1	18.0	22.3	12.1	15.0
Fe	15.2	16.0	14.8	16.8	10.9	15.6	8.8	10.4	6.9	11.0
Fe/Si ratio	0.92	0.82	0.85	0.98	0.78	0.86	0.49	0.47	0.57	0.73

Determination of the average grain size of α -Al phase

The α -Al grain structure was evaluated using optical micrographs and EBSD analyses before and after aging, as shown in Figure 4.9. Optical micrographs after etching reveal the original powder particle boundaries but no resolvable internal grain structure, as observed in Figure 4.9a-c, suggesting that α -Al grains are either too fine for optical resolution or not delineated by the etchant. However, EBSD inverse pole figure (IPF) maps provide definitive insights, as presented in Figure 4.9d-f. For sample sintered at 571 °C, each original powder particle maintains a single dominant crystallographic orientation, with no high-angle grain boundaries ($>15^\circ$) within particles. High misorientations occur only at prior powder particle boundaries. Note that grain colors correspond to the crystallographic triangle shown in Figure 4.9f, while black regions represent Si particles. Subtle color variations within particles reflect low-angle subgrain boundaries ($<5^\circ$) and the retained dendritic substructure of the atomized powder. Thus, α -Al grains of the sintered samples appear relatively coarse, with the grain size at 571 °C closely matching the original powder size, indicating limited grain growth, as seen in Figure 4.9d. Higher sintering temperatures (575 °C and 579 °C) result in grain coarsening, as observed in Figure 4.9e-f, with liquid-assisted grain boundary migration evident as outward bulging and fading particle boundaries, particularly at 579 °C, where a more important amount of liquid breaks surface phases such as AlN. Despite this coarsening, subgrain structures, visible as slight color variations within individual grains, remain present, likely inherited from the original powder particles, as shown in Figure 4.9e-f. After aging, the overall grain morphology remains unchanged for all three sintering temperatures, as illustrated Figure 4.9g-l. However, subgrain structures become more pronounced, suggesting polygonization during the solution stage of aging.

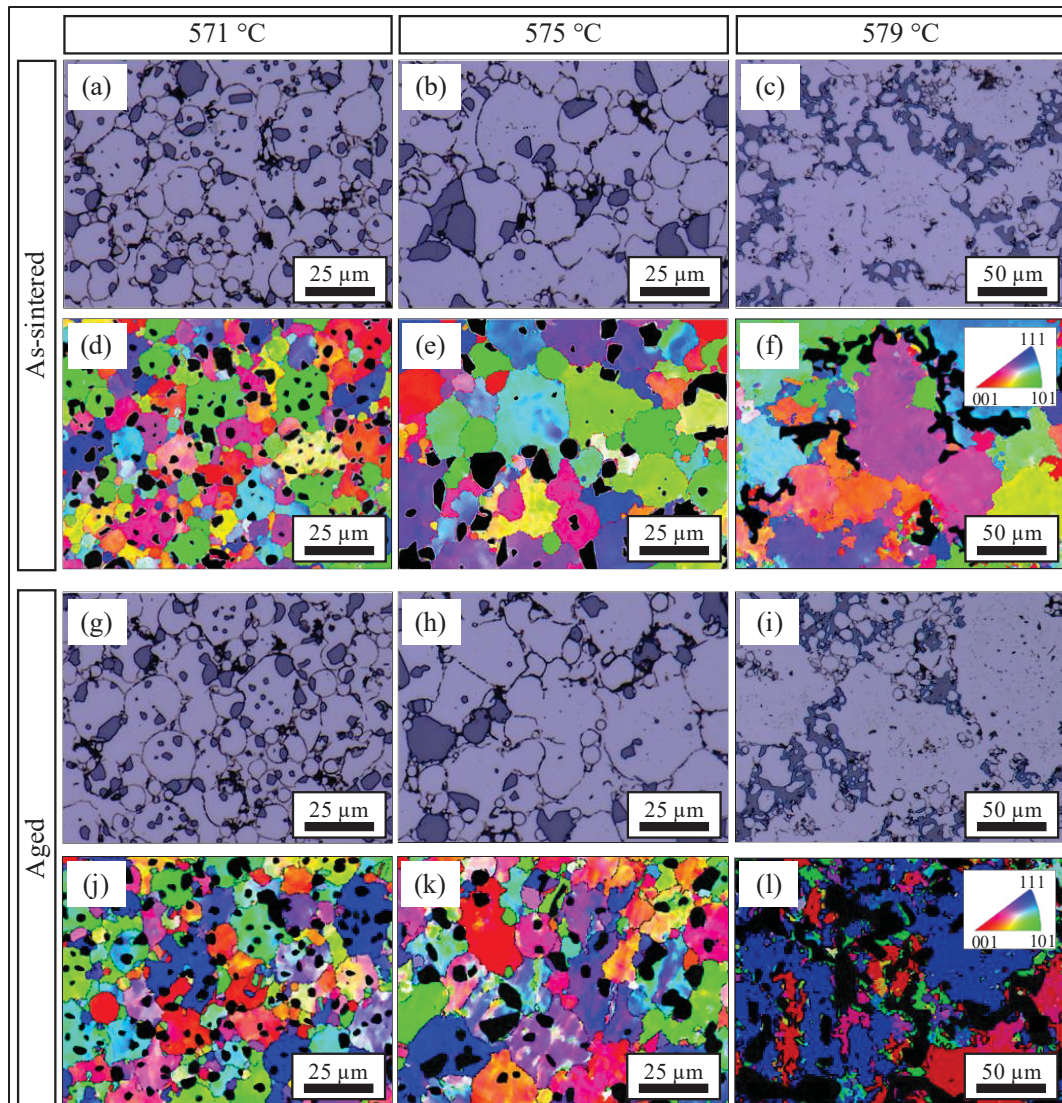


Figure 4.9 Optical micrographs and representative EBSD inverse pole figure maps of the samples sintered at 571, 575 and 579 °C in the (a-f) as-sintered or (g-l) aged conditions

The EBSD maps were used to quantify the grain size of the α -Al phase before and after aging. The equivalent grain diameter was determined by image analysis, whereas the average grain size was evaluated using the linear-intercept method in accordance with ASTM E112 (ASTM E112-10: Standard Test Methods for Determining Average Grain Size, 2010) (Tableau 4.4). Both methods yielded similar trends. The results show a progressive grain coarsening with increasing sintering temperature, with the average grain size increasing by approximately 1.5 times from 571 to 575 °C, and by about 2 times from 575 to 579 °C. After aging, the grain size

values remained very close to those measured in the as-sintered condition, confirming that the solution treatment did not induce any coarsening of the α -Al grains.

Tableau 4.4 Equivalent diameter and average grain size (μm)

Conditions	Temperature	Equivalent diameter (Image analysis)	Average grain diameter (Lineair intercept)
<i>As-sintered</i>	571 °C	8 ± 3	9
	575 °C	12 ± 5	13
	579 °C	21 ± 13	26
<i>Aged</i>	571 °C	9 ± 3	11
	575 °C	12 ± 6	13
	579 °C	21 ± 14	24

4.4.3 Mechanical properties

In this work, the mechanical properties were quantified using hardness measurements and tensile tests. As seen in Figure 4.10a, the starting powder exhibited a high hardness of about 107 ± 8 HV, which is attributable to the fine Si phase distributed within a supersaturated α -Al solid solution formed during rapid solidification associated with the plasma-atomization process. A similar high hardness was reported by Aboulkhair et al. (Aboulkhair, Maskery, Tuck, Ashcroft, & Everitt, 2016) for parts fabricated by LPBF using the same alloy, which also experienced extremely high solidification rates during this additive manufacturing process.

Sintering in the 571–579 °C range for a long period of time led to an approximately twofold reduction in hardness (44-54 HV), driven by a decrease in solute supersaturation of the α -Al matrix and by the coarsening and redistribution of the Si phase. This return toward an equilibrium microstructure produces a soft alloy, with hardness values depending on the sintering temperature (black markers in Figure 4.10a). Among the studied as-sintered conditions, the sample sintered at 571 °C exhibits an intermediate hardness of about 52 HV, promoted by fine Si precipitates ($\sim 2.4 \mu\text{m}$), and its homogenous dispersion at grain boundaries and within α -Al grains ($\sim 8 \mu\text{m}$). Increasing the sintering temperature to 575 °C accelerates the coarsening of α -Al grains ($\sim 12 \mu\text{m}$), Si particles ($\sim 4.6 \mu\text{m}$), and Fe-rich intermetallics (~ 63

μm), likely causing the measured lowest hardness of about 44 HV. At 579 °C, grain growth becomes more pronounced ($\alpha\text{-Al}$ $\sim 22 \mu\text{m}$), and Fe-intermetallics further coarsen. Nevertheless, the hardness increases relative to the 575 °C sample (54 HV). This counterintuitive behavior can hypothetically be attributed to the formation of interconnected Si structures located primarily in interparticle regions and to $\alpha\text{-Al}$ grain polygonization.

Compared with AlSi10Mg produced by LPBF (Delahaye et al., 2019 ; P. Li et al., 2021 ; Santos Macías et al., 2020) and casting (V., Baloor, Polishetty, Bolar, & Govindhan, 2025), the as-sintered alloy exhibits a lower hardness. LPBF alloys typically possess a fine $\alpha\text{-Al}$ grain structure ($\sim 10 \mu\text{m}$ (Guo, Sun, Huang, & Pang, 2022)) and an ultrafine, continuous Si network (Delahaye et al., 2019 ; P. Li et al., 2021 ; Santos Macías et al., 2020), which significantly enhance the hardness up to 113–125 HV, depending on the build orientation (Serjouei et al., 2022). In contrast, cast Al-Si alloys show very coarse $\alpha\text{-Al}$ grains (up to 3 mm for parts cast in sand molds, and 0.3 mm for those cast in in copper molds) surrounded by plate- or needle-shaped eutectic Si (M. H. Abdelaziz et al., 2020 ; Guo et al., 2022 ; Jiang & Yu, 2019 ; Neuser et al., 2023 ; Obara et al., 2023). As a result, as-cast AlSi10Mg shows a lower hardness (~ 73 HV (V. et al., 2025)), but this is still higher than for as-sintered SLPS alloy.

Aging almost doubles the hardness, restoring values close to that of the starting powder (open black markers in Figure 4.10a). In this case, the hardening is certainly attributed to the precipitation of fine Mg_2Si particles during artificial aging, which leads to hardness values between 93 and 106 HV. The lower hardness of the sample sintered at 571 °C after aging is likely related to an insufficient Mg homogenization during sintering. Limited liquid phase formation at this temperature may restrict Mg redistribution between powder particles, reducing the available solute for Mg_2Si precipitation during artificial aging. Consequently, fewer strengthening Mg_2Si precipitates form during artificial aging, leading to a lower hardness than for samples sintered at higher temperatures. Nevertheless, these values exceed the values reported for T6-treated LPBF (~ 78 HV), but remain lower than those of T6-treated cast alloy (~ 126 HV) (V. et al., 2025).

Typical tensile stress–strain curves for samples in the as-sintered (575 °C) and artificially aged (575 °C + aging) state are presented in Figure 4.10b. In the as-sintered condition, the yield strength (YS, 0.2% offset) and ultimate tensile strength (UTS) are 56 ± 1 MPa and 121 ± 1 MPa, respectively. After aging treatment, these values increase to 209 ± 36 MPa and 273 ± 37 MPa, respectively. The elongation at rupture decreases slightly from about 9 ± 4 to 6 ± 3 %.

Two specimens were tested in each condition, and the average UTS values are reported in Figure 4.10a (red square for the as-sintered condition vs. open red square for the aged condition) along with the minimum and maximum values as error bars. As predicted by the hardness values, artificial aging has doubled the UTS.

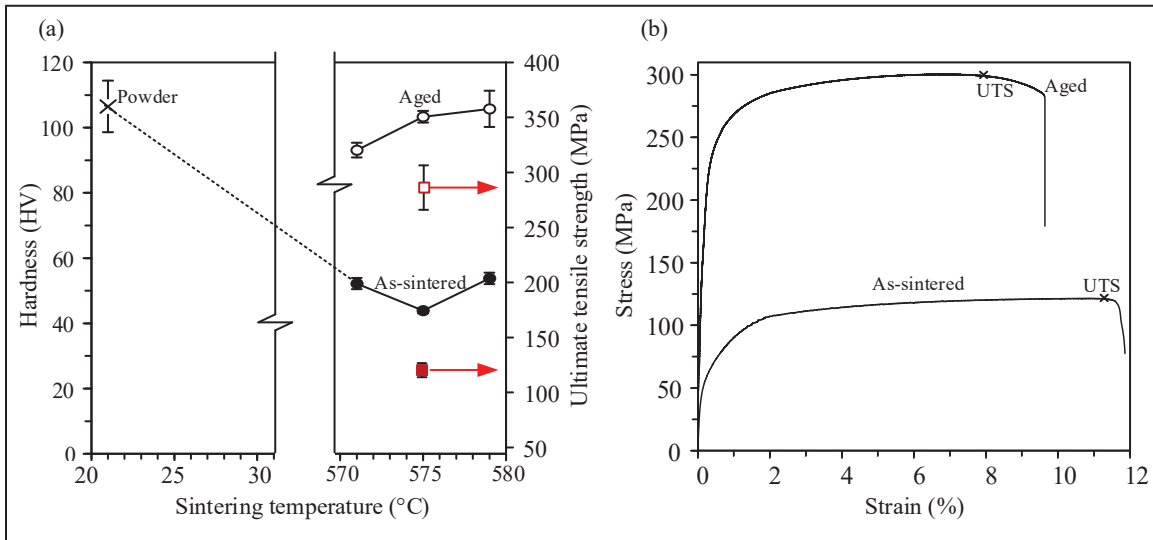


Figure 4.10 Mechanical properties of samples sintered at 575 °C: (a) hardness and ultimate tensile strength; (b) typical tensile stress–strain curves

Although the as-sintered microstructure does not achieve the extreme refinement characteristic of AM alloy, it can provide a favorable balance between strength and ductility for PM AlSi10Mg. When combined with aging, SLPS leads to mechanical properties approaching those of T6-treated cast and AM alloys, while maintaining advantages in microstructure stability and uniformity during heat treatment. These results establish SLPS as a promising and versatile route for producing high-density AlSi10Mg components, particularly for powder-based shaping technologies that do not rely on full melting.

4.5 Conclusions

The influence of the supersolidus liquid-phase sintering (SLPS) temperature on the microstructure and mechanical response of high-density AlSi10Mg, in both the as-sintered and aged conditions, was investigated. Three sintering temperatures (571, 575, and 579 °C) were studied under an identical sintering protocol. The main conclusions are summarized as follows:

1. SLPS is a promising and versatile processing route for AlSi10Mg. Sintering in the 571-575 °C range provides high densification ($\approx 99.5\%$), isotropic microstructures, controlled Si evolution, and excellent compatibility with aging treatment. In contrast, sintering at 579°C results in density loss and pronounced microstructural coarsening, which is detrimental. These results identify the 571 and 575 °C sintering temperatures as the optimal processing window for producing high-performance, powder-based AlSi10Mg components by SLPS.
2. Microstructural coarsening increases with the sintering temperature. Higher sintering temperatures promote α -Al grain growth, Si particle coarsening, and enlargement of Fe-rich intermetallics through enhanced liquid formation, dissolution precipitation, and Ostwald ripening.
3. The microstructure is established during SLPS and remains thermally stable during aging. No significant changes in α -Al grain size or Si particle morphology occur during the solution treatment and aging. However, this treatment modifies the composition of Fe-rich intermetallics.
4. Aging significantly improves the mechanical properties of SLPS AlSi10Mg. For samples sintered at 575 °C, aging increases the average hardness and ultimate tensile strength values respectively from 44 to 103 HV and from 121 MPa to 273 MPa, demonstrating the synergy between the SLPS microstructure control and precipitation hardening.

CONCLUSION

Ce projet de maîtrise avait pour objectif d'analyser l'influence de la température de frittage sur l'évolution microstructurale et les propriétés mécaniques de l'alliage AlSi10Mg élaboré par frittage supersolidus en phase liquide (SLPS). L'étude repose sur une approche expérimentale comprenant le frittage d'échantillons à différentes températures, suivi de leur caractérisation microstructurale et mécanique, afin d'établir les relations entre les paramètres de frittage, l'évolution microstructurale et les propriétés mécaniques du matériau.

Dans ce cadre, des poudres d'AlSi10Mg ont été compactées puis frittées sous atmosphère d'azote à trois températures distinctes, soit 571, 575 et 579 °C, selon un protocole de frittage identique. Les microstructures obtenues ont été caractérisées en analysant la taille des grains d' α -Al, la morphologie, la distribution et la taille des particules de silicium ainsi que l'évolution des intermétalliques riches en fer. Parallèlement, les propriétés mécaniques ont été évaluées à l'état fritté et après un traitement de vieillissement artificiel.

Les résultats ont montré que le frittage supersolidus constitue une voie efficace pour produire des pièces denses en AlSi10Mg par métallurgie des poudres. Les températures de frittage comprises entre 571 et 575 °C permettent d'atteindre une densification élevée, proche de 99,5 %, tout en conservant une microstructure relativement homogène et isotrope. À l'inverse, un frittage à 579 °C conduit à une perte de densité et à un grossissement microstructural, lié à une formation excessive de phase liquide. L'augmentation de la température de frittage favorise en effet la croissance des grains d' α -Al, le grossissement des particules de Si ainsi que l'allongement des intermétalliques riches en fer, sous l'effet de mécanismes de dissolution-précipitation et de mûrissement d'Ostwald.

L'étude a également montré que la microstructure formée durant le frittage SLPS reste globalement stable lors du vieillissement artificiel. Aucune modification de la taille des grains d' α -Al ni de la morphologie des particules de Si n'a été observée. En revanche, le traitement thermique entraîne une modification de la composition des intermétalliques riches en fer, accompagnée d'un durcissement par précipitation au sein de la matrice d'aluminium.

Sur le plan mécanique, le vieillissement artificiel améliore significativement les performances de l'alliage. Pour les échantillons frittés à 575 °C, la dureté et la résistance ultime à la traction augmentent respectivement d'environ 44 à 103 HV et de 121 à 273 MPa.

Enfin, les résultats obtenus permettent d'identifier une fenêtre optimale de frittage comprise entre 571 et 575 °C, conduisant à l'obtention de matériaux à la fois denses et performants, compatibles avec les traitements de vieillissement. Ces résultats confirment le potentiel du procédé SLPS comme voie prometteuse pour la fabrication de composants en alliage d'aluminium par métallurgie des poudres.

RECOMMANDATIONS

À la lumière des résultats obtenus dans le cadre de cette étude, plusieurs perspectives de recherche peuvent être envisagées. Les travaux réalisés ont permis d'identifier l'influence de la température de frittage sur l'évolution microstructurale et les propriétés mécaniques du matériau. Toutefois, certains aspects mériteraient d'être approfondis afin d'améliorer la maîtrise du procédé et d'étendre son potentiel d'application. Dans ce contexte, les recommandations suivantes peuvent être formulées :

- **Étudier l'influence de différentes méthodes de mise en forme des poudres**

Il serait intéressant d'explorer l'effet d'autres techniques de mise en forme, telles que la fabrication par extrusion de matériau (MEX) ou le moulage par injection de métal (MIM). Ces procédés pourraient influencer la densité verte, la distribution des pores et la microstructure finale après frittage. Une comparaison entre ces différentes techniques permettrait de mieux comprendre leur impact sur la densification, l'évolution microstructurale et les propriétés mécaniques des alliages AlSi10Mg élaborés par métallurgie des poudres.

- **Optimiser les paramètres des traitements thermiques**

Il serait pertinent d'étudier l'influence des températures et des durées de mise en solution et de vieillissement sur la précipitation des phases durcissantes et sur l'évolution des propriétés mécaniques. Une optimisation plus poussée des paramètres du traitement thermique pourrait permettre d'améliorer encore la résistance mécanique et la dureté du matériau

- **Étendre l'étude à d'autres alliages d'aluminium**

Enfin, il serait intéressant d'appliquer l'approche développée dans ce travail à d'autres alliages d'aluminium, notamment ceux contenant des éléments d'alliage différents. Cela permettrait d'évaluer le potentiel du procédé SLPS pour une plus large gamme de matériaux.

BIBLIOGRAPHIE

- Abdelaziz, M. H., Samuel, A. M., Doty, H. W., & Samuel, F. H. (2020). Effect of morphological changes of eutectic Si particles on the ambient and high temperature tensile properties of Zr containing Al–Si alloys. *Journal of Materials Research and Technology*, 9(3), 5962-5981. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2020.04.001>
- Abdelaziz, M., Samuel, A., Doty, H., & Samuel, F. (2021). Spheroidization and Coarsening of Eutectic Si Particles in Al-Si-Based Alloys. *Advances in Materials Science and Engineering*, 2021, 1-16. <https://doi.org/10.1155/2021/6678280>
- Aboulkhair, N. T., Maskery, I., Tuck, C., Ashcroft, I., & Everitt, N. M. (2016). The microstructure and mechanical properties of selectively laser melted AlSi10Mg: The effect of a conventional T6-like heat treatment. *Materials Science and Engineering: A*, 667, 139-146. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2016.04.092>
- Al Njjar, A., Mazloum, K., & Sata, A. (2024). Comparison of single action die and floating die for compaction of aluminum alloy AA7075 using simulation and experimental study. *Engineering Research Express*, 6(1), 015412. <https://doi.org/10.1088/2631-8695/ad3478>
- Al-Qudsi, A., Kammler, M., Bouguecha, A., Bonk, C., & Behrens, B.-A. (2015). Comparison between different numerical models of densification during solid-state sintering of pure aluminium powder. *Production Engineering*, 9(1), 11-24. <https://doi.org/10.1007/s11740-014-0574-7>
- ASTM E3–11: Standard Guide for Preparation of Metallographic Specimens*. (2017). West Conshohocken, PA : ASM International.
- ASTM E112-10: Standard Test Methods for Determining Average Grain Size*. (2010). West Conshohocken, PA : ASM International.
- Back, J., Schaeffer, L., & Gaio, J. (2021). Study of the electromagnetic properties of a Soft Magnetic Composite (SMC) composed of iron particle with thin layer of phosphate coating and its efficiency when applied to a low frequency magnetic field. *Journal of Electrical Systems*, 17, 90-104.
- Beşteek, E. (2020). Powder Metallurgy Processes and Making Metal Powder. Unpublished. <https://doi.org/10.13140/RG.2.2.21469.84967>
- Brough, D., & Jouhara, H. (2020). The aluminium industry: A review on state-of-the-art technologies, environmental impacts and possibilities for waste heat recovery. *International Journal of Thermofluids*, 1-2, 100007. <https://doi.org/10.1016/j.ijft.2019.100007>

- Campbell, J. (2025). Time-Dependent Failure Mechanisms of Metals: The Role of Bifilms in Precipitation Cleavage. *Metals*, 15(10). <https://doi.org/10.3390/met15101084>
- Canada Powder Metallurgy Market Size, Share and Forecast 2032. (2024). *Credence Research Inc.* Repéré à <https://www.credenceresearch.com/report/canada-powder-metallurgy-market>
- Cao, X., & Campbell, J. (2006). Morphology of β -Al₅FeSi phase in Al-Si cast alloys. *MATERIALS TRANSACTIONS*, 47(5), 1303-1312. <https://doi.org/10.2320/matertrans.47.1303>
- Chakraborty, A., Martin, É., & Habibnejad-Korayem, M. (2025). Effect of carbon on the additive manufacturability of plasma-atomized aluminum alloys: A robust powder characterization study. *Powder Technology*, 452, 120559. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2024.120559>
- Chen, C.-L., & Thomson, R. C. (2010). Study on thermal expansion of intermetallics in multicomponent Al-Si alloys by high temperature X-ray diffraction. *Intermetallics*, 18(9), 1750-1757. <https://doi.org/10.1016/j.intermet.2010.05.015>
- Christensen, B. D., Donaldson, I. W., & Bishop, D. P. (2019). Effects of process variables on the mechanical and physical properties of an Al-Cu-Mg powder metallurgy alloy. *SN Applied Sciences*, 1(6), 511. <https://doi.org/10.1007/s42452-019-0526-0>
- Chua. (2014). *Development of Aluminum Powder Metallurgy Alloys for Aerospace Applications*. Halifax, Nova Scotia : Dalhousie University.
- Chua, A. S., & Bishop, D. P. (2014). Effects of compaction technique on processing response of aluminium PM alloys. *Canadian Metallurgical Quarterly*, 53(4), 407-415. <https://doi.org/10.1179/1879139514Y.0000000145>
- Cingöz, U. C., Cömert, Z. Y., Özbay K1sasöz, B., Bayrak, Y., Sezer, R., & K1sasöz, A. (2026). Hot-Pressing Process of 7075 Aluminum Alloy: Microstructure, Corrosion and Wear Properties. *Journal of Materials Engineering and Performance*. <https://doi.org/10.1007/s11665-025-13082-5>
- Connolly, J. R. (2003). Introduction Quantitative X-Ray Diffraction Methods. EPS400-002 course notes.
- Dahle, A. K., Nogita, K., McDonald, S. D., Dinnis, C., & Lu, L. (2005). Eutectic modification and microstructure development in Al-Si Alloys. *Materials Science and Engineering: A*, 413-414, 243-248. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2005.09.055>
- Danninger, H., Gierl-mayer, C., & Strobl, S. (2013). Evolution of microstructure in ferrous and non-ferrous materials. Dans *Advances in Powder Metallurgy* (pp. 308-357). (S.I.) : Elsevier. <https://doi.org/10.1533/9780857098900.2.308>

- Daoud, M., Taha, I., Abdelgawad, A., Barsoum, I., Khan, K., & Anjum, D. (2025). Mapping residual stresses in AlSi10Mg alloy fabricated by powder bed fusion-laser beam method. *Scientific Reports*, *15*. <https://doi.org/10.1038/s41598-025-09316-0>
- Dash, S. S., & Chen, D. (2023). A Review on Processing–Microstructure–Property Relationships of Al-Si Alloys: Recent Advances in Deformation Behavior. *Metals*, *13*(3), 609.
- Delahaye, J., Tchuindjang, J. T., Lecomte-Beckers, J., Rigo, O., Habraken, A. M., & Mertens, A. (2019). Influence of Si precipitates on fracture mechanisms of AlSi10Mg parts processed by Selective Laser Melting. *Acta Materialia*, *175*, 160-170. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2019.06.013>
- Deutsches Institut für Normung e. V. (DIN). (2020). *Aluminium and Aluminium Alloys—Castings—Chemical Composition and Mechanical Properties*. Berlin, Germany : Deutsches Institut für Normung e.V. (DIN).
- Ding, T., Cao, X., Zhong, S., Yu, Q., Sun, H., & Du, Q. (2015). Effect of multi-stage atomization manufacturing technology on granularity of powder filler metal, *35*, 68-70. <https://doi.org/10.13394/j.cnki.jgszz.2015.1.0015>
- E28 Committee. (s.d.). Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials. ASTM International. https://doi.org/10.1520/E0008_E0008M-25
- EOS GmbH. (2021). Electro Optical Systems Material Data Sheet: EOS Aluminium AlSi10Mg.
- Ernst, A. T., Kerns, P., Nardi, A., Brody, H. D., Dongare, A. M., Lee, S.-W., ... Aindow, M. (2020). Surface states of gas-atomized Al 6061 powders – Effects of heat treatment. *Applied Surface Science*, *534*, 147643. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2020.147643>
- Faccoli, M., Dioni, D., Cecchel, S., Cornacchia, G., & Panvini, A. (2017). Optimization of heat treatment of gravity cast Sr-modified B356 aluminum alloy. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, *27*(8), 1698-1706. [https://doi.org/10.1016/S1003-6326\(17\)60192-4](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(17)60192-4)
- Gao, C., Xiao, Z., Zou, H., Liu, Z., Chen, J., Li, S., & Zhang, D. (2019). Characterization of spherical AlSi10Mg powder produced by double-nozzle gas atomization using different parameters. *Transactions of Nonferrous Metals Society of China*, *29*(2), 374-384. [https://doi.org/10.1016/S1003-6326\(19\)64947-2](https://doi.org/10.1016/S1003-6326(19)64947-2)
- German, Randall M. (1997). Supersolidus liquid-phase sintering of prealloyed powders. *Metallurgical and Materials Transactions A*, *28*(7), 1553-1567. <https://doi.org/10.1007/s11661-997-0217-0>
- German, Randall M., Suri, P., & Park, S. J. (2009). Review: liquid phase sintering. *Journal of Materials Science*, *44*(1), 1-39. <https://doi.org/10.1007/s10853-008-3008-0>

- German, R.M. (2010). Thermodynamics of sintering. Dans *Sintering of Advanced Materials* (pp. 3-32). (S.l.) : Elsevier. <https://doi.org/10.1533/9781845699949.1.3>
- Ghio, E., & Cerri, E. (2022). Additive Manufacturing of AlSi10Mg and Ti6Al4V Lightweight Alloys via Laser Powder Bed Fusion: A Review of Heat Treatments Effects. *Materials*, 15(6), 2047.
- Gobber, F., Pennacchio, A., Fracchia, E., & Actis Grande, M. (2025). Production and Properties of Recycled Aluminium Alloy Powders via Inert Gas Atomisation. *Journal of the Japan Society of Powder and Powder Metallurgy*, 72. <https://doi.org/10.2497/jjspm.15C-T1-17>
- Guo, M., Sun, M., Huang, J., & Pang, S. (2022). A Comparative Study on the Microstructures and Mechanical Properties of Al-10Si-0.5Mg Alloys Prepared under Different Conditions. *Metals*, 12(1), 142.
- H. Momeni, H. Razavi, & S. G. Shabestari. (2011). Effect of supersolidus liquid phase sintering on the microstructure and densification of the Al–Cu–Mg prealloyed powder. *IUST*, 8(2), 10 EP - 17.
- Hirsch, S. J., Winter, L., Grund, T., & Lampke, T. (2022). Heat Treatment Influencing Porosity and Tensile Properties of Field Assisted Sintered AlSi7Mg0.6. *Materials*, 15(7), 2503. <https://doi.org/10.3390/ma15072503>
- Ibrahim, M., Abdelaziz, M., Samuel, A., Doty, H., & Samuel, F. (2021). Spheroidization and Coarsening of Eutectic Si Particles in Al-Si-Based Alloys. *Advances in Materials Science and Engineering*, 2021(1), 6678280. <https://doi.org/10.1155/2021/6678280>
- Ilangovan, R. K., Amirthalingam, M., Krishnaswamy, H., & Kottada, R. S. (2025). Assessing critical role of iron on microstructure and deformation behaviour of AlSi10Mg processed via laser powder bed fusion additive manufacturing. *Materialia*, 39, 102320. <https://doi.org/10.1016/j.mtla.2024.102320>
- International Centre for Diffraction Data (ICDD). (1970). *PDF -4+ Database, Card 00-049-1499 – Aluminum Iron Silicon (Al5FeSi)*. Newtown Square, PA, USA.
- International Centre for Diffraction Data (ICDD). (1976). *PDF-4+ Database, card 00-026-1481 – Silicon (Si)*. Newtown Square, PA, USA.
- International Centre for Diffraction Data (ICDD). (2002). *PDF-4+ Database, Card 00-052-0917 – Aluminum Iron Silicon (Al3FeSi2)*. Newtown Square, PA, USA.
- International Centre for Diffraction Data (ICDD). (2011a). *PDF -4+ Database, Card 01-086-8211 – Aluminium Nitride (AlN)*. Newtown Square, PA, USA.
- International Centre for Diffraction Data (ICDD). (2011b). *PDF-4+ Database, Card 04-012-7848 – Aluminum (Al)*. Newtown Square, PA, USA.

- International Organization for Standardization. (2023). *ISO 6507-1:2023 — Metallic materials — Vickers hardness test — Part 1: Test method* (Rapport No. ISO 6507-1:2023).
- Iqbal, A. A., Lim, M. J., & Nuruzzaman, D. M. (2017). Effect of compaction load and sintering temperature on the mechanical properties of the Al-SiC nano-composite materials (p. 030006). Communication présentée au ADVANCED MATERIALS FOR SUSTAINABILITY AND GROWTH: Proceedings of the 3rd Advanced Materials Conference 2016 (3rd AMC 2016), Langkawi, Malaysia. <https://doi.org/10.1063/1.5010471>
- Jäger, S., & Weber, S. (2020). Upcycling strategy of grinding swarf by supersolidus liquid phase sintering. *Procedia CIRP*, 90, 546-551. <https://doi.org/10.1016/j.procir.2020.01.079>
- Jason Ten, J. S., Liu, Z. H., Li Seet, H., & Sharon Nai, M. L. (2022). Validation of a Miniature Rectangular Tension Test Specimen for Metallic Additive Manufacturing Materials. Dans N. Shamsaei, N. Hrabe, & M. Seifi (Éds), *Progress in Additive Manufacturing 2021* (pp. 140-156). (S.l.) : ASTM International 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959. <https://doi.org/10.1520/STP164420210121>
- Ji, X., Li, S., Zhang, X., Liu, L., Li, S., Gao, L., ... Wang, S. (2023). Influence of characteristic parameters of SiC reinforcements on mechanical properties of AlSi10Mg matrix composites by powder metallurgy. *Journal of Materials Research and Technology*, 24, 6843-6853. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2023.04.262>
- Jiang, D., & Yu, J. (2019). Simultaneous refinement and modification of the eutectic Si in hypoeutectic Al-Si alloys achieved via the addition of SiC nanoparticles. *Journal of Materials Research and Technology*, 8(3), 2930-2943. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2019.05.001>
- Judge, W., & Kipouros, G. (2019). Powder Metallurgy Aluminum Alloys: Structure and Porosity. Dans *Encyclopedia of Aluminum and Its Alloys* (1^{re} éd.). Boca Raton : CRC Press. <https://doi.org/10.1201/9781351045636-140000247>
- Kang, S.-J. L. (2010). Liquid phase sintering. Dans *Sintering of Advanced Materials* (pp. 110-129). (S.l.) : Elsevier. <https://doi.org/10.1533/9781845699949.1.110>
- Khoei, A. R., Sameti, A. R., Kazempour, Z., & Pourkermani, A. G. (2024). Mechanical characteristics of die-wall friction on the compaction process of metal nano-powders. *Powder Technology*, 444, 119987. <https://doi.org/10.1016/j.powtec.2024.119987>
- Kim, J.-H., Lee, J.-W., Kim, K.-H., & Lee, C.-B. (2016). Preliminary Study on the Fabrication of Particulate Fuel through Pressureless Sintering Process. *Science and Technology of Nuclear Installations*, 2016, 1-7. <https://doi.org/10.1155/2016/3717361>

- Kong, Z., Wang, Z., Li, Y., & Li, R. (2024). Effect of Spark Plasma Sintering Temperature on the Microstructure and Thermophysical Properties of High-Silicon–Aluminum Composites. *Coatings*, *14*(3). <https://doi.org/10.3390/coatings14030299>
- K.R, S., S, M., Kara, M. S. K., & L, A. (2015). Influence of Powder Composition & Morphology on Green Density for Powder Metallurgy Processes. *International Journal of Innovative Research in Science, Engineering and Technology*, *04*(01), 18629-18634. <https://doi.org/10.15680/IJRSET.2015.0401037>
- Krajnikov, A. V., Gastel, M., Ortner, H. M., & Likutin, V. V. (2002). Surface chemistry of water atomised aluminium alloy powders. *Applied Surface Science*, *191*(1-4), 26-43. [https://doi.org/10.1016/S0169-4332\(02\)00148-4](https://doi.org/10.1016/S0169-4332(02)00148-4)
- Kreitzberg, A., Trigui, M. K., Chandoul, A., Pelletier, R., & Demers, V. (2025). Effect of Temperature, Heating Rate, and Cooling Rate on Bonding and Nitriding of AlSi10Mg Powder Occurring During Supersolidus Liquid-Phase Sintering. *Journal of Manufacturing and Materials Processing*, *9*(9), 296.
- Kusunoki, R., Hayashi, H., Matsumoto, E., Suzuki, A., Takata, N., Kobashi, M., ... Mekata, M. (2025). Liquid Phase Sintering of Al Powder Using Al-X (X=Cu, Ca, Mg) Eutectic Alloy Powders: Effect of Alloy Elements and Oxide Film Thickness. *Materials*, *18*(8), 1755. <https://doi.org/10.3390/ma18081755>
- Lall, C., & Bishop, D. P. (2015). Conventional Powder Metallurgy Aluminum Alloys. Dans P. Samal & J. Newkirk (Éds), *Powder Metallurgy* (pp. 581-590). (S.l.): ASM International. <https://doi.org/10.31399/asm.hb.v07.a0006132>
- Li, L., Li, D., Feng, J., Zhang, Y., & Kang, Y. (2020). Effect of Cooling Rates on the Microstructure and Mechanical Property of La Modified Al7SiMg Alloys Processed by Gravity Die Casting and Semi-Solid Die Casting. *Metals*, *10*(4). <https://doi.org/10.3390/met10040549>
- Li, P., Kim, Y., Bobel, A. C., Hector, L. G., Sachdev, A. K., Kumar, S., & Bower, A. F. (2021). Microstructural origin of the anisotropic flow stress of laser powder bed fused AlSi10Mg. *Acta Materialia*, *220*, 117346. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2021.117346>
- Li, Z., Kuai, Z., Bai, P., Nie, Y., Fu, G., Liu, W., & Yang, S. (2019). Microstructure and Tensile Properties of AlSi10Mg Alloy Manufactured by Multi-Laser Beam Selective Laser Melting (SLM). *Metals*, *9*(12), 1337.
- Lin, C.-W., Hung, F.-Y., Lui, T.-S., & Chen, L.-H. (2016). Microstructure Evolution and High-Temperature Compressibility of Modified Two-Step Strain-Induced Melt Activation-Processed Al-Mg-Si Aluminum Alloy. *Metals*, *6*(5). <https://doi.org/10.3390/met6050113>

- Lin, X., Lin, T., Xu, G., Chen, G., & Xu, F. (2024). Three-Dimensional Numerical Simulation of High-Speed Shear Crushing of High-Density Fluid. *Processes*, *12*(10), 2246. <https://doi.org/10.3390/pr12102246>
- Liu, F., Zhao, H., Yang, R., & Sun, F. (2019). Microstructure and Mechanical Properties of High Vacuum Die-Cast AlSiMgMn Alloys at as-Cast and T6-Treated Conditions. *Materials*, *12*(13), 2065.
- Liu, J., Lal, A., & German, R. M. (1999). Densification and shape retention in supersolidus liquid phase sintering. *Acta Materialia*, *47*(18), 4615-4626. [https://doi.org/10.1016/S1359-6454\(99\)00320-1](https://doi.org/10.1016/S1359-6454(99)00320-1)
- Liu, W., Huang, S., Du, S., Gao, T., Zhang, Z., Chen, X., & Huang, L. (2022). The Effects of Heat Treatment on Microstructure and Mechanical Properties of Selective Laser Melting 6061 Aluminum Alloy. *Micromachines*, *13*(7). <https://doi.org/10.3390/mi13071059>
- Liu, Z. Y., Sercombe, T. B., & Schaffer, G. B. (2008). Metal injection moulding of aluminium alloy 6061 with tin. *Powder Metallurgy*, *51*(1), 78-83. <https://doi.org/10.1179/174329008X284859>
- Maeshima, T., & Oh-ishi, K. (2019). Solute clustering and supersaturated solid solution of AlSi10Mg alloy fabricated by selective laser melting. *Heliyon*, *5*(2), e01186. <https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2019.e01186>
- Majeed, A., Zhang, Y., Lv, J., Peng, T., Atta, Z., & Ahmed, A. (2020). Investigation of T4 and T6 heat treatment influences on relative density and porosity of AlSi10Mg alloy components manufactured by SLM. *Computers & Industrial Engineering*, *139*, 106194. <https://doi.org/10.1016/j.cie.2019.106194>
- Marinucci, F., Aversa, A., Manfredi, D., Lombardi, M., & Fino, P. (2022). Evaluation of a Laboratory-Scale Gas-Atomized AlSi10Mg Powder and a Commercial-Grade Counterpart for Laser Powder Bed Fusion Processing. *Materials*, *15*(21), 7565. <https://doi.org/10.3390/ma15217565>
- Matsagopane, G., Olakanmi, E. O., Botes, A., & Kutua, S. (2019). Conceptual Design Framework for Setting Up Aluminum Alloy Powder Production System for Selective Laser Melting (SLM) Process. *JOM*, *71*(5), 1840-1857. <https://doi.org/10.1007/s11837-019-03431-w>
- Mazlan, M. R., Jamadon, N. H., Rajabi, A., Sulong, A. B., Mohamed, I. F., Yusof, F., & Jamal, N. A. (2023). Necking mechanism under various sintering process parameters – A review. *Journal of Materials Research and Technology*, *23*, 2189-2201. <https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2023.01.013>

- Meignanamoorthy, M., & Ravichandran, M. (2020). Microstructure Analysis and Optimization of Parameters for Improved Properties in High Strength AA8079 (Al–Fe–Cu–Si–Zn). *Physics of Metals and Metallography*, 121(4), 374-381. <https://doi.org/10.1134/S0031918X20040092>
- Molla, T. T. (2023). Computational Efficient Modeling of Supersolidus Liquid Phase Sintering in Multi-component Alloys for ICME Applications. *Integrating Materials and Manufacturing Innovation*, 12(2), 105-117. <https://doi.org/10.1007/s40192-023-00294-7>
- Nagae, T., Yokota, M., Nose, M., Tomida, S., Kamiya, T., & Saji, S. (2002). Effects of Pulse Current on an Aluminum Powder Oxide Layer During Pulse Current Pressure Sintering. *MATERIALS TRANSACTIONS*, 43(6), 1390-1397. <https://doi.org/10.2320/matertrans.43.1390>
- Neikov, O. D., Vasilieva, G. I., Sameljuk, A. V., & Krajnikov, A. V. (2004). Water atomised aluminium alloy powders. *Materials Science and Engineering: A*, 383(1), 7-13. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2004.02.030>
- Neuser, M., Schaper, M., & Grydin, O. (2023). Mechanical and Microstructure Characterisation of the Hypoeutectic Cast Aluminium Alloy AlSi10Mg Manufactured by the Twin-Roll Casting Process. *Journal of Manufacturing and Materials Processing*, 7(4), 132. <https://doi.org/10.3390/jmmp7040132>
- Obara, T. J., Minei, R. O., Kakitani, R., Spinelli, J. E., Garcia, A., & Cheung, N. (2023). Solidification microstructure and mechanical properties of an Al-11wt%Si alloy modified with Nb and Sb. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 181, 111521. <https://doi.org/10.1016/j.jpcs.2023.111521>
- Patel, R., Karthik, G. M., & Sharma, P. (2025). Processing, Microstructure, and Mechanical Behavior of Tungsten Heavy Alloys for Kinetic Energy Penetrators: A Critical Review. *Journal of Manufacturing and Materials Processing*, 9(6), 186. <https://doi.org/10.3390/jmmp9060186>
- Pieczonka, T., & Kazior, J. (2013). Microstructure Evolution during Sintering of Aluminium in Nitrogen. *Advanced Materials Research*, 811, 64-71. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/AMR.811.64>
- Popovich, A., & Sufiiarov, V. (2016). Metal Powder Additive Manufacturing. Dans I. V. Shishkovsky (Éd.), *New Trends in 3D Printing*. (S.l.): InTech. <https://doi.org/10.5772/63337>
- Que, Z., & Mendis, C. L. (2020). Formation of θ -Al₁₃Fe₄ and the multi-step phase transformations to α -Al₈Fe₂Si, β -Al₅FeSi and δ -Al₄FeSi₂ in Al–20Si–0.7Fe alloy. *Intermetallics*, 127, 106960. <https://doi.org/10.1016/j.intermet.2020.106960>

- Rahaman, M. N. (2010). Kinetics and mechanisms of densification. Dans *Sintering of Advanced Materials* (pp. 33-64). (S.l.) : Elsevier. <https://doi.org/10.1533/9781845699949.1.33>
- Ramavajjala, A., Dandekar, T., Khatirkar, R., Joshi, C., Chouhan, R., & Agnihotri, A. (2024). A review on the correlation between microstructure, heat treatment and mechanical properties of additively manufactured AlSi10Mg by LPBF. *Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences*, 50, 1-36. <https://doi.org/10.1080/10408436.2024.2414012>
- Raus, A. A., Wahab, M. S., Ibrahim, M., Kamarudin, K., Ahmed, A., & Shamsudin, S. (2017). Mechanical and physical properties of AlSi10Mg processed through selective laser melting (p. 020027). Proceedings of the 7th International Conference on Mechanical and Manufacturing Engineering, Sustainable Energy Towards Global Synergy, Jogjakarta, Indonesia. <https://doi.org/10.1063/1.4981168>
- Ravi, D., & Green, D. J. (2006). Sintering stresses and distortion produced by density differences in bi-layer structures. *Journal of the European Ceramic Society*, 26(1-2), 17-25. <https://doi.org/10.1016/j.jeurceramsoc.2004.10.032>
- Ritchie, S. M., Kovacevic, S., Deshmukh, P., Christodoulides, A. D., Malen, J. A., Mesarovic, S. Dj., & Panat, R. P. (2023). Shape distortion in sintering results from nonhomogeneous temperature activating a long-range mass transport. *Nature Communications*, 14(1), 2667. <https://doi.org/10.1038/s41467-023-38142-z>
- Rong, G., Xin, W., Zhou, M., Ma, T., Wang, X., & Jiang, X. (2023). Exploring Microstructure, Wear Resistance, and Electrochemical Properties of AlSi10Mg Alloy Fabricated Using Spark Plasma Sintering. *Materials*, 16(23), 7394.
- Roveda, I., Serrano-Munoz, I., Kromm, A., & Madia, M. (2022). Investigation of residual stresses and microstructure effects on the fatigue behaviour of a L-PBF AlSi10Mg alloy. *Procedia Structural Integrity*, 38, 564-571. <https://doi.org/10.1016/j.prostr.2022.03.057>
- Roveda, I., Serrano-Munoz, I., Mishurova, T., Madia, M., Pirling, T., Evans, A., ... Bruno, G. (2022). Influence of a 265 °C heat treatment on the residual stress state of a PBF-LB/M AlSi10Mg alloy. *Journal of Materials Science*, 57(48), 22082-22098. <https://doi.org/10.1007/s10853-022-07997-w>
- Sainz, S., Pérez De Arriluzea, J., Iglesias, I., Cardozo, E., Ruiz, O., Ordás, N., & Iturriza, I. (2024). Sinterability Assessment And Microstructural Development In Metal Binder Jetting. Dans *Euro PM2024 Proceedings*. EPMA. <https://doi.org/10.59499/EP246301454>
- Santos Macías, J. G., Douillard, T., Zhao, L., Maire, E., Pyka, G., & Simar, A. (2020). Influence on microstructure, strength and ductility of build platform temperature during

- laser powder bed fusion of AlSi10Mg. *Acta Materialia*, 201, 231-243. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2020.10.001>
- Schaffer, G. B., Sercombe, T. B., & Lumley, R. N. (2001). Liquid phase sintering of aluminium alloys. *Materials Chemistry and Physics*, 67(1-3), 85-91. [https://doi.org/10.1016/S0254-0584\(00\)00424-7](https://doi.org/10.1016/S0254-0584(00)00424-7)
- Serjouei, A., Libura, T., Brodecki, A., Radziejewska, J., Broniszewska, P., Pawłowski, P., ... Kowalewski, Z. L. (2022). Strength-hardness relationship for AlSi10Mg alloy produced by laser powder bed fusion: An experimental study. *Materials Science and Engineering: A*, 861, 144345. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2022.144345>
- Shakil, S. I., Hadadzadeh, A., Shalchi Amirkhiz, B., Pirgazi, H., Mohammadi, M., & Haghshenas, M. (2021). Additive manufactured versus cast AlSi10Mg alloy: Microstructure and micromechanics. *Results in Materials*, 10, 100178. <https://doi.org/10.1016/j.rinma.2021.100178>
- Sharma, S. K., Gajević, S., Sharma, L. K., Mohan, D. G., Sharma, Y., Radojković, M., & Stojanović, B. (2025). Significance of the Powder Metallurgy Approach and Its Processing Parameters on the Mechanical Behavior of Magnesium-Based Materials. *Nanomaterials*, 15(2), 92. <https://doi.org/10.3390/nano15020092>
- Shen, X., Liu, S., Wang, X., Cui, C., Gong, P., Zhao, L., ... Li, Z. (2022). Effect of Cooling Rate on the Microstructure Evolution and Mechanical Properties of Iron-Rich Al-Si Alloy. *Materials*, 15(2). <https://doi.org/10.3390/ma15020411>
- Showaiter, N., & Youseffi, M. (2008). Compaction, sintering and mechanical properties of elemental 6061 Al powder with and without sintering aids. *Materials & Design*, 29(4), 752-762. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2007.01.027>
- Shukla, P., & Lawrence, J. (2011). *Advances in Laser Surface Treatment of Engineering Ceramics: Viability and Characterization Techniques*. (S.l.) : (s.n.).
- Singhal, V., Shelly, D., Babbar, A., Lee, S.-Y., & Park, S.-J. (2024). Review of Wear and Mechanical Characteristics of Al-Si Alloy Matrix Composites Reinforced with Natural Minerals. *Lubricants*, 12(10), 350.
- Siqi, C., Huang, X., Shuai, L., Wu, G., Huang, T., & Huang, X. (2023). Annealing behavior of AlSi10Mg alloy fabricated by laser powder bed fusion. *Journal of Physics: Conference Series*, 2635, 012036. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/2635/1/012036>
- Sjölander, E., & Seifeddine, S. (2010). The heat treatment of Al-Si-Cu-Mg casting alloys. *Journal of Materials Processing Technology*, 210(10), 1249-1259. <https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2010.03.020>

- Soong, S. Z., Lai, W. L., & Kay Lup, A. N. (2023). Atomization of metal and alloy powders: Processes, parameters, and properties. *AIChE Journal*, *69*(11), e18217. <https://doi.org/10.1002/aic.18217>
- Su, S. S., & Chang, I. (2010). Development of hypereutectic Al-Si based P/M alloy. *Proceedings of the World Powder Metallurgy Congress and Exhibition, World PM 2010*, *4*.
- Tang, C. F., Pan, F., Qu, X. H., Duan, B. H., & He, X. B. (2009). Nickel base superalloy GH4049 prepared by powder metallurgy. *Journal of Alloys and Compounds*, *474*(1-2), 201-205. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2008.06.038>
- Tsirlis, M., & Michailidis, N. (2020). Low-pressure gas atomization of aluminum through a Venturi nozzle. *Advanced Powder Technology*, *31*(4), 1720-1727. <https://doi.org/10.1016/j.apt.2020.02.011>
- V, A. K., Baloor, S. S., Polishetty, A., Bolar, G., & Govindhan, A. N. (2025). Heat treatment and its effect on machining induced surface roughness of cast and additive manufactured AlSi10Mg. *Scientific Reports*, *15*(1), 26433. <https://doi.org/10.1038/s41598-025-10732-5>
- Wang, T., Yang, L., Tang, Z., Liu, C., Ma, Y., Wu, L., ... Liu, W. (2021). Effect of aging treatment on microstructure, mechanical and corrosion properties of 7055 aluminum alloy prepared using powder by-product. *Materials Science and Engineering: A*, *822*, 141606. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.141606>
- Wang, W., Liu, P., Qi, H., Liu, J., Liu, T., & Zheng, L. (2019). Finite element analysis of densification of Fe-40at%Al composite powders. *AIP Advances*, *9*(1), 015311. <https://doi.org/10.1063/1.5081853>
- Wu, L., Zhao, Z., Bai, P., Zhang, Z., Li, Y., Liang, M., & Du, W. (2022). The Effect of Silicon Phase Morphology on Microstructure and Properties of AlSi10Mg Alloys Fabricated by Selective Laser Melting. *Materials*, *15*(24). <https://doi.org/10.3390/ma15248786>
- Xu, J., Pan, Y., Lu, T., & Bo, B. (2018). Synergistic effects of composition and heat treatment on microstructure and properties of vacuum die cast Al-Si-Mg-Mn alloys. *China Foundry*, *15*(2), 117-123. <https://doi.org/10.1007/s41230-018-7253-y>
- Yan, Q., Song, B., & Shi, Y. (2020). Comparative study of performance comparison of AlSi10Mg alloy prepared by selective laser melting and casting. *Journal of Materials Science & Technology*, *41*, 199-208. <https://doi.org/10.1016/j.jmst.2019.08.049>
- Yin, Z., Yu, D., Zhang, Q., Yang, S., & Yang, T. (2021). Experimental and Numerical Analysis of a Reverse-polarity Plasma Torch for Plasma Atomization. *Plasma Chemistry and Plasma Processing*, *41*(5), 1471-1495. <https://doi.org/10.1007/s11090-021-10181-8>

- Yu, X., Yang, J., Wang, G., Yu, Q., Deng, Y., & Yu, W. (2025). Study on the Preparation of Metallic Aluminum Powder by Nitrogen Atomization. *Processes*, *13*(10), 3264. <https://doi.org/10.3390/pr13103264>
- Zhou, L., Mehta, A., Schulz, E., McWilliams, B., Cho, K., & Sohn, Y. (2018). Microstructure, precipitates and hardness of selectively laser melted AlSi10Mg alloy before and after heat treatment. *Materials Characterization*, *143*, 5-17. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2018.04.022>