

## Efecto de los tratamientos criogénicos en el desgaste y microestructura de los aceros ledeburíticos usados en las herramientas de conformado en frío – Revisión

Effect of cryogenic treatments on wear and microstructure of ledeburitic steels, used in cold forming tools. A Review

Víctor Alcántara Alza <sup>1\*</sup>; Zeferino Damián Noriega <sup>2</sup>; Gilberto Alvarez Miranda <sup>2</sup>

<sup>1</sup> Facultad de Ingeniería, Universidad Nacional de Trujillo, Av. Juan Pablo II s/n – Ciudad Universitaria, Trujillo, Perú.

<sup>2</sup> Departamento de Mecánica y Energía, Univ. Autónoma Metropolitana: Azcapotcalco-México.

\* Autor correspondiente: [victoralc\\_unt@hotmail.com](mailto:victoralc_unt@hotmail.com) (V. Alcántara)

---

### RESUMEN

Se revisa el efecto de los tratamientos criogénicos sobre el desgaste y microestructura de los aceros ledeburíticos utilizados en las herramientas de conformado en frío. Se discuten las condiciones de tratamiento que contribuyen a mejorar la resistencia al desgaste de estas herramientas. La serie AISI D son aceros para herramientas con alto contenido de carbono y cromo, que exhiben buena dureza, tenacidad a la fractura y una alta resistencia al desgaste; propiedades básicas exigidas por las herramientas de conformado en frío. Lo mismo sucede con el acero ledeburítico PM/Vanadis-6 que presenta cualidades similares. Se han seleccionado los aceros D2, D3, D6 y Vanadis 6, como los aceros ledeburíticos representativos para esta revisión. El objetivo es señalar las mejoras obtenidas por los tratamientos criogénicos superficiales (SCT) y profundos (DCT), realizados bajo diversas condiciones de operación, para analizar y comparar su resistencia al desgaste haciendo un análisis de su microestructura.

**Palabras clave:** aceros ledeburíticos; tratamiento criogénico; desgaste; aceros para herramientas.

---

### ABSTRACT

The effect of cryogenic treatments on the wear and microstructure of ledeburitic steels used in cold forming tools is reviewed. The treatment conditions that contribute to improving the wear resistance of these tools are discussed. The AISI D series are steels for tools with high carbon and chromium content, which exhibit good hardness, fracture toughness and high wear resistance; basic properties required by cold working tools. The same goes with PM / Vanadis-6 ledeburitic steel, which has similar qualities. The steels D2, D3, D6 and Vanadis 6 have been selected, as representative ledeburitic steels for this review. The objective is to point out the improvements obtained by the superficial cryogenic treatments (SCT) and deep (DCT), carried out under various operating conditions, to analyze and compare their wear resistance making an analysis of their microstructure.

**Keywords:** Ledeburitic steels; cryogenic treatment; wear; tool steels.

---

### 1. INTRODUCCIÓN

Las herramientas de conformado de metales, son esenciales en la producción de piezas metálicas en diversas industrias. Por ejemplo, la industria automotriz en el año 2015 tuvo una participación de casi el 44% en las piezas de metal a escala global. En otros sectores industriales como, industrias de transporte, aeroespacial y otras, la demanda de conformado en frío ha aumentado en proporción similar (Global Metal, 2016).

El conformado en frío, es un proceso que se realiza por debajo de 200°C y utiliza herramientas confeccionadas con aceros para trabajos en frío. Dentro de la serie AISI, éstos pertenecen a los grupos O, A y D, [Krauss y Kennedy, 1998]. Los grados A y D poseen altos contenidos de aleación, incluyendo el cromo y molibdeno que contribuyen a la formación de un alto contenido de carburos; y por lo tanto, proporcionan alta dureza y resistencia al desgaste (WR); Sin embargo, esta alta WR no siempre va acompañada de una buena tenacidad a la fractura. Una alternativa a este problema se encuentra en los denominados aceros ledeburíticos, que bajo ciertos tratamientos, responden muy bien a estas exigencias.

Un acero ledeburítico es un acero aleado, dentro del cual, pequeñas cantidades de ledeburita están presentes después de la solidificación. La formación de ledeburita, aún en bajas concentraciones de carbono, de ~ 1.5%, resulta de la influencia de elementos de aleación en el rango de concentración de carbono donde tiene lugar la reacción eutéctica (Novikov, 2003).

Los aceros para herramientas incluyendo los ledeburíticos, para su buen desempeño en servicio, tienen que someterse a tratamientos térmicos y/o superficiales. Los tratamientos térmicos pueden ser, convencionales, de temple revenido (CHT) enfriados a temperatura ambiente, o tratamientos criogénicos enfriados a temperaturas bajo cero. Los tratamientos criogénicos generalmente se clasifican como: "tratamientos en frío" o superficiales (SCT), que llegan a temperaturas de hasta -80 °C (hielo seco) o "tratamiento criogénico profundo" DCT que llegan hasta la temperatura de -196 °C correspondiente al nitrógeno líquido (Barron, 1986).

En las últimas décadas, se ha mostrado mayor interés en el efecto del tratamiento criogénico, sobre el rendimiento de los aceros para herramientas; debido a que este tratamiento reduce o elimina casi totalmente la austenita residual (RA), y si quedara un remanente la estabiliza (Mohan, 2001; Molinari et al. 2001), lo que no daría lugar a transformaciones de esta RA en otras fases perjudiciales. El tratamiento convencional CHT puede reducir la cantidad de RA, para extender la vida útil de la herramienta; Sin embargo, si se transforma la RA en martensita, se reduce la vida de la herramienta a través de micro-fisurado, porque la martensita transformada es más frágil que la martensita revenida (Podgornik et al., 2012), dando lugar a un revenido posterior.

El daño por desgaste es uno de los modos de falla más comunes de los componentes mecánicos en servicio (Zhang et al., 2011; Sun, 2013; Fu, 2017). El desgaste reduce la precisión de las piezas de máquina, lo que provoca un funcionamiento anormal de éstas. También lo encontramos en los procesos de formado de metales. En este caso, una herramienta puede estar expuesta a las condiciones exigentes de la superficie externa, donde las propiedades mecánicas y, especialmente las tribológicas son crucialmente importantes (Saha et al., 2012). Por lo tanto, el tratamiento criogénico es una buena alternativa, pues su objetivo es, provocar cambios permanentes en la microestructura del material para mejorar las propiedades deseadas, con efectos adversos mínimos o insignificantes; incrementando su resistencia al desgaste, dando mayor vida útil a los componentes y herramientas de conformado (Thornton, 2014). Una mejora significativa en la resistencia al desgaste de aceros para herramientas con tratamiento criogénico se observa en pruebas tribológicas, en comparación con aquellos sometidos al tratamiento convencional CHT (Akhbarizadeh et al., 2009). Esta mejora se debe, a que el tratamiento criogénico SCT, reduce la RA en gran medida, y el DCT la elimina casi totalmente (Bensely et al., 2006).

Villa et al. (2014) mostraron, que además de una reducción en el contenido de RA en aceros de alto contenido de carbono sometidos a tratamientos criogénicos, también puede mejorar la estabilidad de la austenita que queda en las regiones restantes, impidiendo su transformación. Sin embargo, a pesar de todas las investigaciones realizadas hasta el momento, todavía hay muchos resultados contradictorios. Las investigaciones informan, tanto sobre mejoras, como también deterioros en la resistencia al desgaste y tenacidad en los aceros de herramientas para trabajos en frío, y en aceros de alta velocidad después de un DCT.

El presente artículo pretende dar un panorama descriptivo-explicativo, en base a investigaciones recientes, sobre del efecto que producen los tratamientos criogénicos en la WR de los aceros ledeburíticos, bajo un análisis respecto a los cambios que se producen en su microestructura.

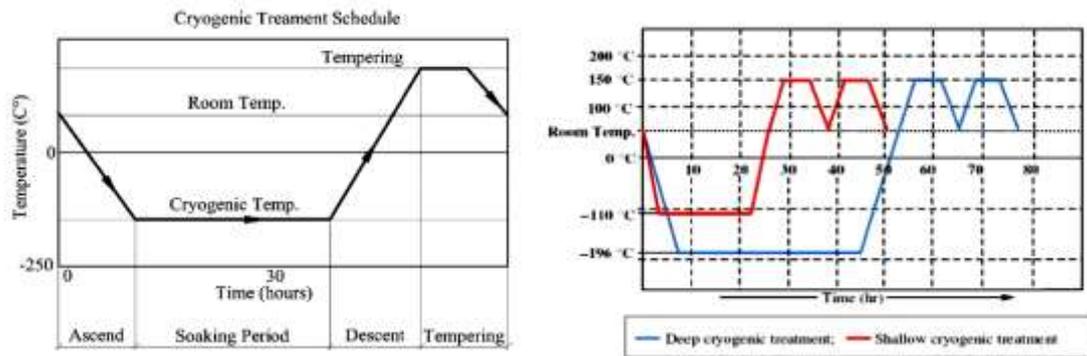
## **2. DESARROLLO**

### **2.1 Tratamientos Criogénicos.**

El tratamiento criogénico (CT) es un método que consiste en calentar el acero hasta la temperatura austenítica, luego enfriarlo en un ambiente a temperaturas bajo cero, que varían entre -80 y -196 °C. Después de un período de espera, las muestras vuelven gradualmente a calentarse hasta la temperatura ambiente (Firouzidor et al., 2008; Podgornik et al., 2009; Senthilkumar et al., 2011). Este tratamiento es un proceso suplementario que se hace antes del revenido y después del temple. El revenido posterior puede ser simple o múltiple, tal como se muestra en la Figura 1b). Dependiendo de la aplicación de la temperatura, puede ser clasificado como: 1) Tratamiento criogénico superficial (SCT), donde la pieza se enfría en el rango (-80 -140 °C); 2) Tratamiento criogénico profundo (DCT) que se lleva a cabo entre (-140 -196 °C), siendo esta última, la temperatura del nitrógeno líquido (Kalsi, 2010).

Este tratamiento trae muchos beneficios en comparación con el CHT. Se incrementa en mayor proporción la dureza, resistencia al desgaste, resistencia a la fractura y la reducción de las tensiones internas, entre otros beneficios. Cuanto menor sea la temperatura del entorno criogénico, la mejora en las propiedades se hace más rápida (Barron, 1984).

Los parámetros más importantes en todo CT son: Temperatura y velocidad de enfriamiento. Respecto a la velocidad de enfriamiento, existen dos enfoques. El primer enfoque se denomina choque térmico, en el que las muestras se llevan rápidamente a una temperatura de aplicación criogénica. En el otro enfoque, las muestras se llevan gradualmente a temperatura criogénica (Gill et al., 2010; Singh et al., 2012). En la figura 1 se observa que el tratamiento criogénico empieza luego de que las muestras han sido austenitizadas y enfriadas a la temperatura ambiente. Una revisión de estudios previos revela, que cuando las muestras son directamente expuestas desde la temperatura de austenitizado hasta la criogénica, se desarrollan micro grietas en las muestras debido a los cambios repentinos de temperatura, resultantes del choque térmico (Gill, 2012; . Kalsi et al., 2014; Candane et al., 2013). El período de sostenimiento es otro de los parámetros más importantes, que influye en la conversión del material desde austenita a martensita, en la formación de nuevos carburos, su tamaño y distribución (Kalsi 2010).



**Figura 1.** Esquema del proceso de tratamiento criogénico gradual: Con revenido simple a) Con revenido doble b)  
Fuente: (Akincioglu, 2008)

Baldissera y Delprete (2008) informan, que la mejora obtenida aplicando el DCT se debe principalmente a la completa eliminación de la RA y la formación de carburos muy pequeños y dispersos en la estructura de martensita revenida. Sin embargo, trabajos de investigación más recientes, como los de Tyschenko et al. (2010) y Gavriljuk et al. (2013) muestran que la transformación total de austenita a martensita no ocurre en aceros de alto contenido de carbono, y la transformación martensítica a baja temperatura siempre va acompañada de deformación plástica de la martensita virgen. Una consecuencia importante de la deformación plástica que causa la disolución parcial de partículas de carburos, es la captura de átomos de carbono inmóviles por deslizamiento de dislocaciones y la formación de agrupaciones de carbono que pueden servir como sitios para la nucleación de carburos finos durante el revenido posterior.

## 2.2 Tratamientos Criogénicos en aceros para herramientas

Los aceros para herramientas de trabajo en frío, son los más usados para realizar el tratamiento DCT, con lo cual se puede obtener una microestructura de martensita revenida, con contenido casi nulo de RA y una distribución uniforme de carburos, lo que proporciona suficiente dureza, tenacidad a la fractura y resistencia al desgaste aceptable. Leskovsek y Podgornik (2012) demostraron que optimizando los parámetros de tratamiento térmico y usando procesos térmicos y termoquímicos adicionales, las propiedades del acero para herramientas y su resistencia al desgaste y dureza pueden ajustarse para una aplicación específica. La reducción o eliminación de la RA permitiría este propósito (Akhbarzadeh et al. 2009; Tyshchenko et al., 2010; Das et al., 2010; Amini, et al., 2010). Varios factores pueden afectar la microestructura y las fases finales durante el tratamiento DCT, pero los más influyentes son la temperatura y el tiempo de sostenimiento, donde el efecto de la temperatura es mucho mayor que el tiempo de sostenimiento. (Darwin et al., 2008). Oppenkowski et al. (2010) investigaron la influencia del efecto de otros parámetros, como, la temperatura de austenizado, velocidad de enfriamiento, velocidad de calentamiento y temperatura de revenido; todas determinan el efecto final en las propiedades del acero para herramientas luego del aplicar el DCT. Demostraron que en términos de propiedades mecánicas, las temperaturas de austenitizado y revenido ejercen gran influencia. Una baja temperatura de austenitizado en combinación con una alta temperatura de revenido mejora la tenacidad a la fractura, la resistencia a la flexión, el alargamiento a la fractura y el trabajo de deformación; mientras que la

combinación opuesta con alta temperatura de austenitización y baja temperatura de revenido mejora la dureza y WR, hasta 125% (Das et al., 2009).

A temperaturas criogénicas profundas, la distribución de carburos cambia y su contenido aumenta (Das et al., 2009). Dos teorías tratan de explicar este comportamiento: la teoría más antigua afirma que el contenido de carburos aumenta debido al efecto de la baja temperatura en la contracción de la estructura. En esa contracción alta, los átomos de carbono de la martensita y austenita retenida, saltan a las dislocaciones vecinas y actúan como sitios preferenciales para la futura formación de carburos durante el revenido (Amini, 2010). La segunda y más reciente teoría afirma que en ese alto grado de contracción, las dislocaciones se mueven debido a la deformación plástica local en la estructura y posteriormente, atraen átomos de carbono. Estos átomos de carbono juegan un papel importante en la mejor distribución de carburos elevando su contenido (Oppenkowski, et al, 2010).

Se ha observado que el tratamiento criogénico tiene el mayor efecto sobre los aceros aleados, que pueden tener proporciones relativamente grandes de austenita retenida y aquellos que tienen niveles significativos de elementos formadores de carburo, como Cr, Mo y W. Sin embargo, no se han reportado investigaciones, ni hay tendencias claras que sugieran cuál (si los hay) de estos constituyentes químicos tienen la mayor influencia sobre la "susceptibilidad" de un material a los tratamientos criogénicos DCT (Thornton, 2014).

### 2.3 Efecto en el desgaste

Una amplia gama de investigaciones y análisis se llevan a cabo sobre los efectos del tratamiento criogénico para mejorar el rendimiento al desgaste de los aceros para herramientas, incluyendo los ledeburíticos (Thornton, 2014). Aunque no se define un mecanismo claro para esta mejora; por el momento se discuten varias hipótesis, y el análisis de los estudios experimentales siguen esta dirección. A continuación se citan reportes sobre estos efectos, tomando como referencia los aceros ledeburíticos más utilizados como herramientas de conformado en frío: AISI D2, AISI D3, AISI D6 y VANADIS 6.

Das y Kumar (2012), establecieron relaciones entre los parámetros de microestructura y la resistencia al desgaste del acero AISI D2, sometido a tratamientos criogénicos superficiales SCT y profundos DCT. Utilizando el probador de ensayos pin-on-disk encontraron que la WR se incrementa cuanto más baja es la temperatura de tratamiento, dentro del rango estudiado:  $-75^{\circ}\text{C}$ ,  $-196^{\circ}\text{C}$ . El grado de mejora de WR se encuentra aplicando el tratamiento criogénico CT respecto al tratamiento convencional CHT. La reducción del contenido de RA y la modificación favorable de los carburos secundarios SC da como resultado la mejora de WR. Quedo establecido que la resistencia al desgaste WR aumenta debido al aumento en: (i) cantidad de carburos secundarios SC, (ii) su densidad de población, (iii) inversa de su tamaño (iv) inversa de su espacio entre partículas. Amini et al. (2012) estudiaron los efectos del tratamiento DCT en el comportamiento al desgaste del acero AISI D2 utilizando el ensayo: pin-on disk. Los resultados mostraron que el tratamiento elimina la AR incrementando el número de carburos y haciendo más homogénea su distribución. Se formaron nuevos carburos finos que tienen tamaños diferentes, que varían desde micras hasta dimensiones nanométricas. Estos carburos finos nanométricos recién formados mejoraron significativamente el comportamiento al desgaste de este acero para herramientas. El mecanismo de desgaste predominante en este acero fue el adhesivo. Korade et al. (2016) estudiaron el efecto del revenido múltiple antes y después del tratamiento criogénico SCT en las propiedades de fricción y desgaste del acero AISI D2. El austenitizado se realizó a  $1020^{\circ}\text{C}/1\text{hr}$ , el revenido a  $210^{\circ}\text{C}/2\text{hrs}$  y el tratamiento criogénico a  $(-185^{\circ}\text{C})/36\text{hr}$ . Las pruebas de desgaste se realizaron usando un probador pin-on-disc. Se observó que la aplicación del tratamiento reduce el volumen de desgaste, la tasa de desgaste y el coeficiente de fricción. También se sometió el material a diversas combinaciones de tratamiento. La combinación óptima fue: Endurecimiento  $\rightarrow$  tratamiento criogénico  $\rightarrow$  revenido único.

Dhokey et al. (2014) estudiaron la influencia del tratamiento SCT en las propiedades mecánicas del acero AISI D3. Muestras tratadas con CHT se sometieron a tratamiento criogénico SCT a una temperatura de  $-185^{\circ}\text{C}/16\text{hr}$ , seguido de un revenido suave a  $100^{\circ}\text{C}$ . Se encontró que la tasa de desgaste se redujo aproximadamente en un 5% para el acero AISI D3. La microestructura reveló la evolución de nuevos carburos finos, distribuidos de manera uniforme. Khun et al. (2015) investigaron los efectos del tratamiento DCT sobre las propiedades mecánicas y tribológicas del acero AISI D3. Se encontró que las muestras D3 tratadas con tratamiento convencional CHT se endurecieron significativamente a través de un DCT adicional, lo que se atribuyó a la eliminación de RA, a una distribución más homogénea de carburos y a una mayor reducción en el tamaño de estos, lo que dio como resultado, que las muestras de acero AISI D3 endurecidas exhibieran reducciones en su fricción y un notable incremento en la WR deslizante. Estos resultados mostraron que el tratamiento DCT es una forma efectiva de mejorar las propiedades mecánicas y tribológicas de las muestras del acero AISI D3. Establecieron que el rendimiento tribológico de las muestras estaba significativamente influenciado por su dureza. Ather y Sonawane (2015) estudiaron la mejora de la WR del acero AISI D3 utilizando el tratamiento DCT. Se usaron dos tipos de muestras. A unas se les aplicó el tratamiento CHT y las

otras se trataron criogénicamente DCT/ 24 hr. Los ensayos de desgaste en seco se llevó a cabo en la máquina Pin on Disk. Estos se realizaron tomando como parámetros de entrada: La carga (N) y velocidad de deslizamiento (V). Los resultados mostraron un aumento considerable en la WR después de realizar el tratamiento DCT respecto al convencional CHT. Este aumento tuvo una variación de pocos porcentajes a cientos de porcentajes. Se aconseja que dependiendo de las condiciones de carga, se debe decidir si el tratamiento criogénico debe llevarse a cabo necesariamente o no. Ghazi y Mashloosh (2015) estudiaron el efecto del tratamiento térmico CHT y el tratamiento DCT sobre la WR y las propiedades mecánicas del acero para herramientas AISI D3. En el CHT el austenizado se realizó a 1000°C, durante 30 min. El efecto del revenido solo fue significativo a 400 °C. En el DCT las muestras se enfriaron a (-198 °C) /36hr, se trataron criogénicamente y se revinieron a 200 °C. La microestructura reveló que el tratamiento DCT refina y homogeneiza la microestructura mucho más que con el CHT. Las pruebas de desgaste se llevaron a cabo en una máquina pin on disk con diferentes cargas. Los resultados indican que las muestras tratadas con DCT muestran menor índice de desgaste que las tratadas con CHT y que la tasa de desgaste aumenta a medida que aumenta la carga y la duración de la prueba.

Naravade et al. (2012) estudiaron los efectos de los tratamientos SCT y DCT sobre el comportamiento al desgaste del acero AISI D6. Se aplicaron los dos tratamientos criogénicos a temperaturas: (-63 °C) y (-185 °C) respectivamente. Se estudiaron los efectos de la temperatura (superficial y profunda), con tiempos de 20 y 40 h. Las pruebas de desgaste se realizaron usando un probador pin-on-disk aplicando diferentes cargas y velocidades. Los resultados mostraron que debido a una distribución de carburos más homogénea así como a la eliminación de la austenita retenida, el tratamiento DCT demostró una mayor WR y dureza en comparación con el tratamiento (SCT). Al aumentar el tiempo de mantenimiento a temperaturas criogénicas, una mayor cantidad de RA se transformó en martensita. Posteriormente Naravade et al. (2013) estudiaron los efectos del tratamiento DCT, sobre el comportamiento al desgaste del acero AISI D6. Se usó la temperatura (-185 °C), pero con un tiempo de inmersión de 36 hr. La prueba de desgaste se realizó con un probador pin-on-disc. Se encontró que el volumen de desgaste y la tasa de desgaste aumentan linealmente al aumentar la carga normal, para todo tipo de muestras, mientras que el coeficiente de fricción disminuye con el aumento de la carga normal. Las muestras se sometieron a revenido múltiple antes y después del tratamiento DCT, observándose una disminución en la WR con el número de revenidos. Los resultados mostraron que la WR fue debida a una distribución de carburos más homogénea y a la casi total eliminación de la AR. También demostraron que el DCT produce mayor WR y dureza en comparación con el tratamiento térmico convencional CHT.

P. Jurci et al., (2017), estudiaron la microestructura y la respuesta al revenido del acero ledeburítico Vanadis 6, sometido a tratamiento DCT/ 4hr. Los resultados mostraron que el tratamiento bajo cero reduce significativamente la cantidad de RA, haciendo un refinamiento general de la microestructura, e induce un aumento significativo en el número y densidad de población de pequeños carburos globulares con un tamaño dentro del rango: 100-500 nm, provocando un significativo incremento en la WR. A bajas temperaturas de revenido, los carburos transitorios M<sub>3</sub>C precipitaron, mientras que su número se incrementó por el tratamiento criogénico. El revenido arriba de 470°C convierte casi la totalidad de la RA en especímenes convencionalmente revenidos, mientras que la transformación de la RA se acelera con el tratamiento DCT. Como resultado del revenido, se registró una disminución en la densidad de población de pequeños carburos globulares; sin embargo, el número de estas partículas retenidas fue mucho más alto en el acero tratado con DCT.

## 2.4 Análisis de la microestructura

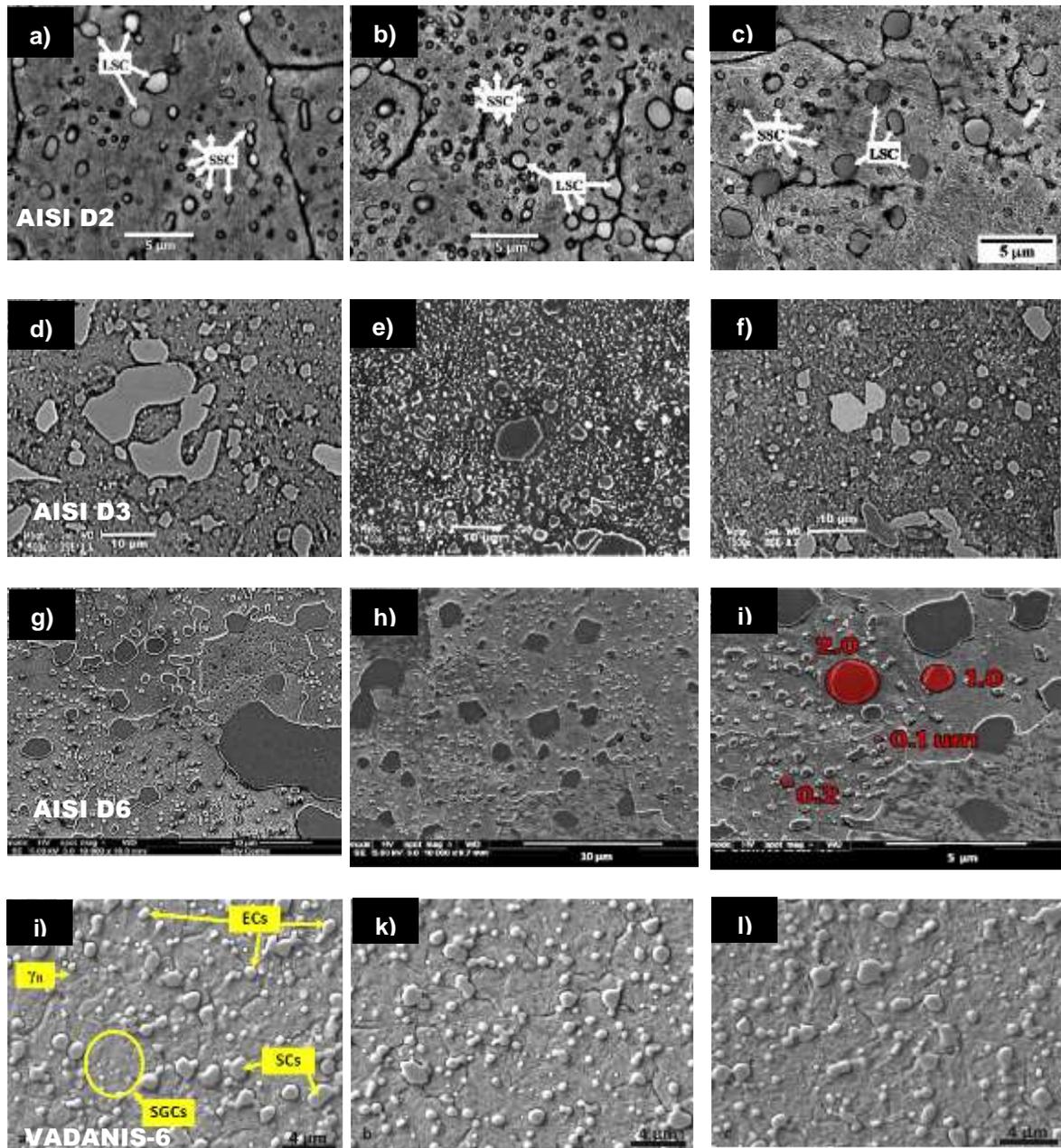
En la Figura 2, se muestra y luego se discute la microestructura obtenida luego de aplicar el tratamiento criogénico en los aceros ledeburíticos más empleados en las herramientas de conformado en frío: AISI D2, AISI D3, AISI D6 y VANADIS 6.

Desde la (Fig.2 a) hasta la (Fig. 2c) se observa la microestructura del AISI D2. Se observa que el número, tamaño y cantidad de carburos secundarios (SC), pequeños (SSC) y grandes (LSCs) varían considerablemente con el tiempo de sostenimiento aplicando el tratamiento DCT. La cantidad de carburos SSC aumenta hasta un tiempo de ~ 36 h y luego disminuye para un tiempo adicional. Sin embargo, la cantidad de carburos LSC aumenta continuamente. Los carburos SC se han identificado como tipo M<sub>23</sub>C<sub>6</sub> (M = Fe, Cr, Mo, V). La aplicación del tratamiento DCT inmediatamente después del tratamiento convencional CHT en este acero, no altera la naturaleza de los carburos primarios (PC) ni secundarios (SC) (Das, 2009).

Desde (Fig. 2d) hasta la (Fig.2 f) se observa la microestructura del AISI D3. Se reporta que el tratamiento DCT eliminó la RA, incrementó el porcentaje de carburos, con una distribución más homogénea, tamaños más uniforme y algunos de tamaños nanométricos (~ 20-90 nm). La microestructura se modifica variando el tiempo de sostenimiento, de tal forma que hasta las 36 hr, el porcentaje de carburos aumenta con el tiempo de sostenimiento y su distribución se vuelve más uniforme; pero, para mayores tiempos, el porcentaje dis-

minuye. En la microestructura, el porcentaje de carburos y su uniformidad alcanzan su valor óptimo a las 36 hr de sostenimiento. Para tiempos mayores el porcentaje, la uniformidad, y el tamaño de carburos, alcanzan niveles casi constantes, y al llegar a las 48 hrs ya no cambian (Amini, 2012).

Desde la (Fig.2g) hasta la (Fig.2i) se observa la microestructura del AISI D6. La Figura 2g) es una muestra con tratamiento convencional CHT y las Fig. 2h) y Fig.2i) con tratamiento SCT a  $-180^{\circ}\text{C}/24\text{hr}$ . Se observan carburos de cromo primarios no disueltos, como otros carburos grandes (áreas más oscuras). Se observa un ligero aumento en la proporción de carburos más pequeños ( $0.1 - 0.2\mu\text{m}$ ) debido al tratamiento criogénico.



**Figura 2.** Microfotografías SEM. **AISI D2:** (a) DCT/12 hr. (b) DCT/36 hr. (c) DCT/ 84hr; **AISI D3:** d) DCT/24 hr, (e) DCT/36 hr (f) DCT/48 hr. **AISI D6:** (g) Tratamiento QT, (h) SCT,  $-180^{\circ}\text{C}/24\text{ hr}$ , (i) tamaños de carburos después del SCT; **VANADIS 6:** (j) DCT/17hr, Sin Rev. (k) DCT/17hr, Rev.170°C (2+2hr) (l) DCT/17hr, Rev. 330 °C/ (2+2hr). Fuente: (Das, 2009; Amini, 2012; Thornton, 2014; Ptačinová et al., 2015)

Estos cambios sutiles pueden explicar la similitud en las tasas de desgaste determinadas a partir de muestras de acero para herramientas AISI D6 crio tratadas (Thornton, 2014).

Desde la (Fig. 2j) hasta la (Fig. 2l) corresponde al Vanadis 6, al que se aplicó el tratamiento DCT/17hr, haciendo variar las condiciones de revenido para ver su efecto en un tratamiento criogénico previamente establecido. El material luego de ser templado y aplicado el tratamiento DCT sin revenir, muestra una microestructura de martensita, pequeña cantidad de RA y carburos (figura 2j). La cantidad de carburos SCs como de los carburos eutécticos (ECs) no difieren significativamente de las obtenidas por el tratamiento convencional CHT. Por otro lado, la densidad de población de los carburos globulares secundarios (SGC) aumenta debido al DCT, pero disminuye con la aplicación del revenido. Cuanto más alta la temperatura de revenido, mayor es la reducción de estos carburos SGC. El DCT acelera la tasa de precipitación de carburos transitorios dentro del rango de revenido a baja temperatura. La precipitación del carburo  $M_7C_3$  aleado es suprimida por el DCT (Ptačinová et al., 2015).

Según Ghasemi et al. (2015), el aumento de WR por tratamiento DCT se debe a los cambios cristalográficos y microestructurales, y a la fina distribución de microcarburos. La formación de nanocarbuos finos mejora las propiedades de desgaste, mientras que el engrosamiento la disminuye. Los tratamientos criogénicos modifican la precipitación de carburos, obteniendo una distribución más fina y uniforme (Amini et al., 2012). Así también, Farina et al. (2011) mostraron la presencia de una distribución más fina y homogénea de carburos nanométricos después del tratamiento criogénico del acero AISI D2.

## 2.5. Efecto de los carburos en el desgaste

Toda la microestructura, tanto la matriz como los carburos primarios y precipitados, afectan la WR. Se puede afirmar entonces, que la WR se incrementara cuando se tenga una mayor población de carburos, con una distribución más fina y uniforme; y mejor aún si se llega a escala nanométricas.

Durante el proceso de desgaste abrasivo, los carburos juegan un significativo rol en la resistencia al desgaste de las herramientas de trabajos en frío (Guo et al.2012; Muthuraja, y Senthilvelan, 2015); pero debido a la naturaleza compleja de los carburos, en la mayoría de los casos, las investigaciones solo pueden relacionar el comportamiento al desgaste con el tamaño, cantidad, distribución, y orientación de los carburos dentro de la matriz, y deducir el rol operativo y la influencia de los carburos durante el proceso de desgaste (Rodenburg, 2007; Coronado, 2011); pero, sobre el comportamiento al desgaste de los carburos en sí mismos, los trabajos de investigación son escasos. Por consiguiente, es muy importante establecer el comportamiento y mecanismos de desgaste de los propios carburos, para entender con fundamento la contribución que hacen estos carburos a la matriz, lo que proporcionaría información más directa, para mejorar la estructura y la composición adecuada que tenga mayor rendimiento al desgaste (Guo et al. 2009).

El afinamiento de los carburos (reducción de tamaño) es un reto, que viene desde los procesos de solidificación, seguido por los tratamientos térmicos que cambian la estructura y precipitan nuevos carburos. En este sentido, todo tratamiento criogénico, aparte de tener la ventaja de eliminar la RA, tiene que someterse a un revenido posterior, que precipiten carburos más finos; lo que dará lugar a una mejora en la WR y tenacidad a la fractura. Por otro lado, la secuencia de solidificación de los aceros ledeburíticos comienza con la formación de austenita, seguida de la reacción eutéctica, donde los carburos primarios son los carburos precipitados directamente del líquido y los carburos eutécticos son los carburos precipitados de la reacción eutéctica (Das et al., 2009). Cualquier otro precipitados de carburos corresponderan a los tratamientos térmicos usados para cada aplicación, como es el caso de los tratamientos criogénicos.

La morfología y distribución de los carburos eutécticos tiene una importante influencia sobre las propiedades de los aceros ledeburíticos. Se ha encontrado que incrementando la tasa de solidificación del metal (SR) los carburos eutécticos se vuelven más finos y más uniformemente dispersados, por lo tanto, un alto valor de SR, es decir; cuanto más rápido sea el enfriamiento desde el estado líquido, sería un buen método para mejorar la resistencia al desgaste (WR) de los aceros ledeburíticos” (Luan et al., 2010).

### 2.5.1 Morfología de los carburos eutécticos y compactos

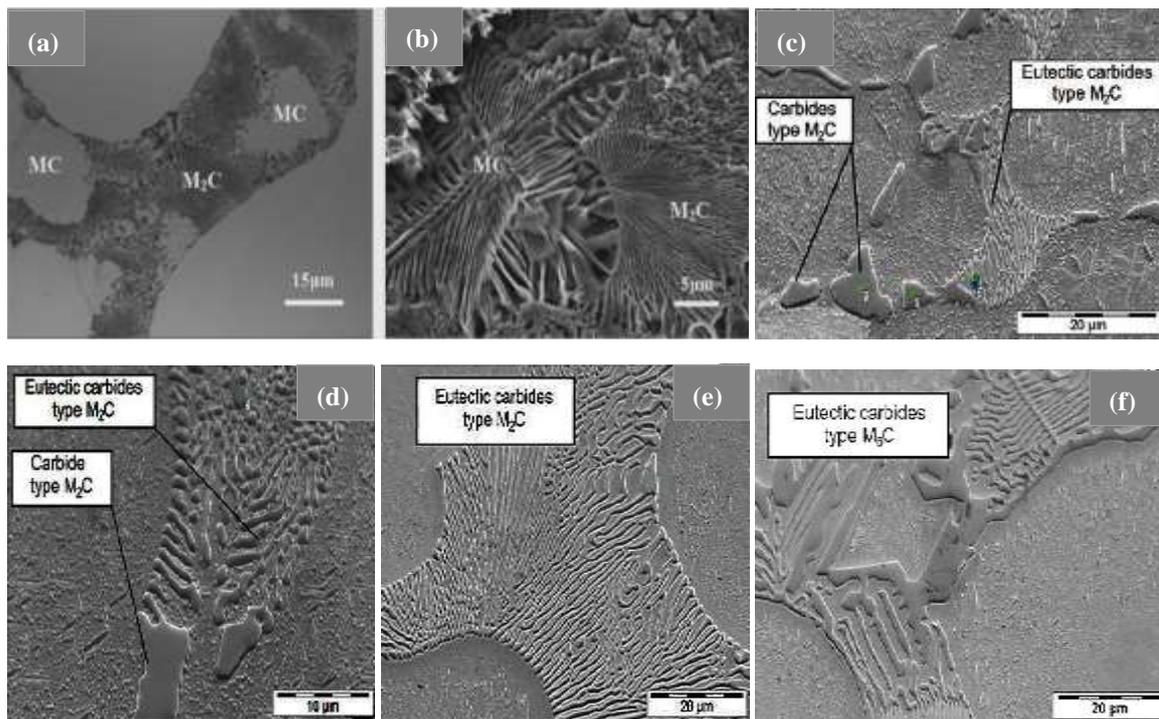
Como se dijo anteriormente, durante el enfriamiento de los aceros ledeburíticos se forman carburos primarios de dos tipos: 1) Aquellos que se forman durante el enfriamiento en la fase líquida (carburos de bloque compactos), y 2) Carburos eutécticos, que son los precipitados de la reacción eutéctica (carburos de estructura laminar); por lo general estos son carburos engrosados.

En la figura3, se muestra dos microfotografías correspondientes al acero ledeburítico de composición (1,14% C y 10% Cr aleado con W, Mo, V.), luego de ser templado. Se observa la morfología de los carburos eutécticos MC y  $M_2C$ . La primera en vista plana (Fig. 2a) y la segunda en vista tridimensional (Fig. 2b), Se puede observar la estructura laminar de los carburos, semejando la fase eutéctica (Guo et al., 2016).

En las figuras 3c) y 3d) se tienen imágenes comparativas de los carburos de bloque y eutecticos del tipo  $M_2C$ . En la figuras 3e) se muestra en detalle la estructura laminar del carburo eutéctico  $M_2C$  en la figura 3f) y se muestra en detalle el carburo eutéctico  $M_6C$ .

Por lo general, como se observa en la figura 3, los carburos eutecticos ( $EC_s$ ) adoptan la forma de redes continuas y engrosadas lo que es perjudicial para la WR. En respuesta a este tema, se han hecho intensos esfuerzos para controlar la dimensión y distribución de estos carburos  $EC_s$  que adoptan esta forma. Si bien el enfriamiento rápido desde el estado líquido disminuye el tamaño de la red, esta aparece en el metal solidificado, lo que exige que el tratamiento térmico permita que las redes cambien a bloques masivos aislados y que estos se refinan a un cierto grado en sus dimensiones (Zhou et al., 2016).

En el presente estudio se observa que para los aceros ledeburíticos seleccionados, los carburos  $EC_s$  son de dimensiones finas, al nivel de los carburos precipitados en el tratamiento criogénico y revenido posterior; lo que garantiza una muy buena WR.



**Figura 3.** Microestructura del acero ledeburítico para herramientas AISI M42 mostrando los carburos eutecticos y de bloques: a); b) carburos eutecticos MC y  $M_2C$  en vista bidimensional y tridimensional; c); d) carburos eutecticos y de bloque  $M_2C$ , e) carburo eutéctico  $M_2C$ , f) Carburo eutéctico  $M_6C$ . Fuente: (Pirtovsek, 2012; Guo et al., 2016)

### 3. RESULTADOS RELEVANTES DEL ESTUDIO

Se puede sintetizar en la tabla 1.

**Tabla 1.** Observaciones relevantes de la literatura revisada

#	Autor	Material	tratamiento	Observaciones relevantes
1	Das et al. (2009)	D2	DCT	La WR aumenta con el tiempo de retención hasta 36 horas, más allá disminuye.
2	Das et al. (2009)	D2	DCT	La cantidad de carburos secundarios SC guardan excelente correlación con la WR
3	Das et al. (2010)	D2	SCT y DCT	El tratamiento SCT redujo la RA, y el DCT la elimina casi total. En ambos casos mejoro la WR.

#	Autor	Material	tratamiento	Observaciones relevantes
4	Das et al. (2012)	D2	SCT y DCT	La reducción o eliminación de RA, además de un cambio favorable de los SC mejora WR
5	Amini et al. (2012)	D2	DCT	Se formaron carburos de tamaños micro, hasta nano-métricos, que incrementan la (WR)
6	Khun et al. (2015)	D3	DCT- 24hr.	Se eliminó la RA; se homogenizo y se redujo el tamaño de carburos. Incremento notable de WR
7	Ather et al. (2015)	D3	DCT- 24hr	La WR se incrementa cientos de porcentajes. La condición de carga decide el uso del DCT.
8	Amini et al. (2012)	D3	DCT	La microestructura y porcentaje de carburos alcanzan su valor óptimo a las 36 h de duración.
9	Arslan, et al. (2015)	D3	DCT	Para optimizar la vida útil de las herramientas de corte se recomienda usar el DCT- 36 horas
10	Dhokey et al. (2009)	D3	SCT	La WR es más baja aplicando SCT y revenido simple. El revenido doble y triple la disminuye.
11	Akhbarizadeh et al., (2009)	D6	DCT	Con un tiempo de austenización mayor, se reduce WR luego de aplicar el DCT
12	Naravade et al. (2012)	D6	SCT y DCT	Al mejorar la distribución de carburos y eliminar la RA, el DCT mostró una mayor WR que el SCT
13	Naravade et al. (2017)	D6	SCT y DCT	En ambos casos: Si la carga $F_n$ aumenta, WR disminuye. Para velocidades altas, el coeficiente de fricción " $\mu$ " fluctúa.
14	Pillai et al. (2017)	D6	DCT	Se formaron nanocarburos finos que mejoran la WR y el engrosamiento disminuyo la WR.
15	Thornton et al. (2013)	D6	DCT	La aplicación del DCT elevó la WR, desde el estado recocido hasta el endurecido: (5 - 30%)
16	Jurci et al. (2017)	Vanadis 6	DCT: 4-17h.	Transformación martensítica más completa, acompañada de carburos de 100 y 500 nm.
17	Jurci et al. (2017)	Vanadis 6	DCT: 4- 17h.	La cantidad de carburos globulares (SGCs) está en relación directa con el tiempo de tratamiento
18	Jurci et al. (2015)	Vanadis 6	DCT: 4h.	No se altera la naturaleza de los carburos globulares (100 nm), sino solo su cantidad.

#### 4. CONCLUSIONES

El tratamiento criogénico profundo DCT elimina casi toda la AR, incrementando el número de carburos y haciendo más homogénea su distribución. Durante el proceso, se forman nuevos carburos finos, que varían desde micras hasta dimensiones nanométricas. Estos carburos finos recién formados son los que mejoraron significativamente la WR en los aceros ledeburíticos.

La precipitación de partículas de carburos micrométricos y nanométricos depende de la temperatura y y tiempo de sostenimiento. Por lo tanto, deben optimizarse estas variables para obtener la mejor WR.

Cuanto más baja la temperatura del tratamiento criogénico CT se produce una mayor nucleación de carburos, dando mayor cantidad, uniformidad y distribución de estos, mejorando así la WR.

Un mayor porcentaje de aleantes y contenido de carbono en la composición del acero, produce una mejora en la WR, debido a que aleantes como el Cr y V provocan una más fina formación de carburos.

El revenido posterior al tratamiento CT da mejores resultados que el revenido realizado antes del tratamiento, y el aumento de la temperatura mejora la WR. El mejor ciclo que puede adoptar todo tratamiento sub-zero es: endurecimiento, enfriamiento seguido del tratamiento criogénico y finalmente el revenido. Dependiendo

del tipo de composición de los aceros se puede considerar el revenido múltiple, siendo lo normal para obtener una mejor WR, aplicando un solo revenido.

Se concluye finalmente, que la mejora de la WR en los aceros ledeburíticos, al aplicar el tratamiento criogénico, se atribuye a la formación de una martensita refinada a partir de la RA, y a la precipitación de partículas pequeñas de carburos (micrométricas y nanométricas) dentro de la matriz martensítica.

## REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- Akhbarizadeh, A.; Shafyei, A.; Golozar, M. A. 2009. Effects of cryogenic treatment on wear behaviour of D6 tool steel. *Mater Design* 30: 3259–3264
- Akhbarizadeh, A.; Golozar, M.; Shafeie, A.; Kholghy, M. 2009. Effects of Austenizing Time on Wear Behavior of D6 Tool Steel After Deep Cryogenic Treatment, *J. Iron and steel research. international*. 16(6): 29-32
- Akincioglu, S.; Gökaya, H.; Uygur, I. 2015. A review of cryogenic treatment on cutting tools, *International Journal of Advanced Manufacturing Technology* · June 2015. DOI: 10.1007/s00170-014-6755-x
- Amini, K.; Akhbarizadeh, A.; Javadpour, S. 2012. Investigating the effect of holding duration on the microstructure of 1.2080 tool steel (AISI D3) during the deep cryogenic heat treatment, *Vacuum* 86: 1534 e1540
- Amini, K.; Akhbarizadeh, A.; Javadpur, S. 2012. Effect of deep cryogenic treatment on the formation of nano-sized carbides and the wear behavior of D2 tool steel *Journal of Minerals, Metallurgy, and Materials* 19: 795.
- Amini, K.; Nategh, S.; Shafyei, A. 2010. Influence of different cryotreatments on tribological behavior of 80CrMo125 cold work tool steel, *Mater. Des.*, 31: p.4666.
- Arslan, Y.; Uygur, I.; Jazdzewska, A. 2015. The Effect of Cryogenic Treatment on Microstructure and Mechanical Response of AISI D3 Tool Steel Punches, *Manufacturing Science and Engineering*, 137: 034501-1
- Ather, S.; Sonawane, S. 2015. Wear Resistance Enhancement of AISI D3 Tool Steels by Cryogenic Treatment, *International Journal of Current Engineering and Technology*, 5(3). June.
- Baldissera, P.; Delprete, D. 2008. Deep cryogenic treatment: A bibliographic review. *Open Mech. Eng. J.* 2: 1–11.
- Barron, R.F. 1984. “A Study on the Effect of Cryogenic Treatment on Tool Steel Properties”, Louisiana Technical University Report, August, 30.
- Barron, R.F. 1982. “Cryogenic treatment on metals to improve wear resistance. *Cryogenics*” 22: 409–414.
- Bensely, A.; Prabhakaran, A.; Lal, D. M.; 2006. Nagarajan G. Enhancing the wear resistance of case carburized steel (En 353) by cryogenic treatment. *Cryogenics* 45: 747–754
- Candane, D.; Alagumurthi, N.; Palaniradja, K. 2013. Effect of cryogenic treatment on microstructure and wear characteristics of AISI M35 HSS. *Int J Mater Sci App* 2(2):56–65
- Coronado, J. J. 2011. Effect of load and carbide orientation on abrasive wear resistance of White cast iron, *Wear* 270: 823–827.
- Darwin, J.; Mohan Lal, D.; Nagarajan, G. 2008. Optimization of cryogenic treatment to maximize the wear resistance of 18% Cr martensitic stainless steel by Taguchi method, *J. Mater. Process. Technol.*, 195: p.241.
- Das, D., Dutta, A., Ray, K., 2010. Sub-zero treatments of AISI D2 steel: Part I. Microstructure and hardness, *Mater. Sci. Eng. A*, 527: p.2182.
- Das, D.; Dutta, A.; Ray, K. 2010. Sub-zero treatments of AISI D2 steel: Part II. Wear behavior *Materials Science and Engineering A* 527: 2182.
- Das, D.; Dutta, A.; Ray, K. 2009. Influence of varied cryotreatment on the wear behavior of AISI D2 steel, *Wear* 266: 297–309
- Das, D., Dutta, A., Ray, K., 2009. Optimization of the duration of cryogenic processing to maximize wear resistance of AISI D2 steel, *Cryogenics*, 49: p.176.
- Das, D.; Ray, K. 2012. Structure–property correlation of sub-zero treated AISI D2 steel, *Materials Science and Engineering A* 541: 45– 60.
- Dhokey, N.; Hake, A.; Thavale, V.; Gite R, Batheja R. 2014. Microstructure and Mechanical Properties of Cryotreated SAE8620 and D3 Steels, *CAMSR* 1(1) Jan. PP. 23-37
- Dhokey, N.; Nirbhavne, S. 2009. Dry sliding wear of cryotreated multiple tempered D-3 tool Steel, *Journal of materials processing technology* 209: 1484–1490

- Disponibile en: <http://www.research and markets.com/ reports/3534920/global-metal-form ing machine tools-market-2016>
- Farina, P.; Barbosa, C.; Goldenstein, H. 2011. Microstructural Characterization of an AISI D2 Tool Steel Submitted to Cryogenic Treatment, *Journal of ASTM International* 8: 1.
- Firouzdor, V.; Nejati, E.; Khomamizadeh, F. 2008. Effect of deep cryogenic treatment on wear resistance and tool life of M2 HSS drill. *J Mater Process Technol* 2006: 467–472
- Fu, L.C.; Tan, P.; Zhu, J.J.; Yang, W.; Li, D.; Zhou, L., 2017. Tribological properties of surface nanocrystalline martensite steel in vacuum. *Journal Tribology International*, 109: 246-251.
- Gavriljuk, V.G.; Theisen, W.; Sirosh, V.V. 2013. Low-temperature martensitic transformation in tool steels in relation to their deep cryogenic treatment. *Acta Mater.* 61: 1705–1715.
- Ghasemi, H.; Mohammad Jahazi, N.; Naraghi, R. 2015. Martensitic transformation in AISI D2 tool Steel during continuous cooling to 173 K, *Journal of Material Science* 50: 5758.
- Ghazi, S.; Mashloosh, K. 2015. Influence of Heat Treatment on Resistance of Wear and Mechanical Properties of Die Steel Kind D3, *Am. J. Sci. Ind. Res.*, 5(2): 33-40
- Gill, SS.; Singh, H. 2010. Cryoprocessing of cutting tool materials— a review. *Int J Adv Manuf Technol* 48:175–192
- Gill, SS.; Singh, J.; Singh, R.; Singh, H. 2012. Effect of cryogenic treatment on AISI M2 high speed steel: metallurgical and mechanical characterization, *Journal JMEPEG* 21:1320–1326
- Global Metal Forming Machine Tools Market. 2015. 2016–2020, December.
- Guo, J.; Feng, Y.; Liu, X.; Ren, X.; Yang, Q. 2016. Investigation of microstructural damage to eutectic carbides from scratch tests of a heat-treated Fe–Cr–W–Mo–V–C alloy, *Wear* 358-359, 137–147
- Guo, J.; Li, Q.; Qu, H.W.; Liu, L.G.; Yang, Q.X. 2012. Carbide precipitation behavior and wear resistance of a novel rolle steel, *J. Mater. Eng. Perform.* 22:1790–1797.
- Jurci, P.; Domankova, M.; Caplovic, L.; Ptacinova, J.; Sobotova, J.; Salabova, P.; Prikner, O.; Sustarsic, B.; Jenko, D., 2015. Microstructure and hardness of sub-zero treated and no tempered P/M Vanadis 6 ledeburitic tool Steel, *Vacuum* 111: 92-101
- Jurči, P.; Dománková, M.; Hudáková, M.; Ptačinová, J. ; Pašák, M.; Palček, P., 2017. Characterization of microstructure and tempering response of conventionally quenched, short- and long-time sub-zero treated PM Vanadis 6 ledeburitic tool Steel, *Materials Characterization* 134: 398–415
- Jurci, P.; Domankova, M.; Ptacinova, J.; Pašák, M.; Kusy, M. Priknerová, P. 2017. Investigation of the Microstructural Changes and Hardness Variations of Sub-Zero Treated Cr-V Ledeburitic Tool Steel Due to the Tempering Treatment, *Journal (JMEPEG)*.
- Kalsi, NS.; Sehgal, R.; Sharma, VS. 2014. Effect of tempering after cryogenic treatment of tungsten carbide–cobalt bounded inserts. *Bull Mater Sci* 37(2):327–335
- Kalsi, N.S.; Sehgal, R.; Sharma, V.S. 2010. Cryogenic Treatment of Tool Materials: A Review, *Materials and Manufacturing Processes*, 25: 1077–1100
- Kalsi, NS.; Sehgal, R.; Sharma, VS. 2010. Cryogenic treatment of tool materials: a review II. *Mater Manuf Process* 26:1076–1086.
- Khun, N.; Liu, E.; Tan, A.; Senthilkumar, D.; Albert, B.; Mohan Lal, D. 2015. Effects of deep cryogenic treatment on mechanical and tribological properties of AISI D3 tool Steel, *Friction* 3(3): 234–242
- Korade, D.; Ramanaa, K.; Jagtap, K.; Dhokey, N. 2017. Effect of Deep Cryogenic Treatment on Tribological Behaviour of D2 Tool Steel - Experimental Investigation, *Materials Today: Proceedings* 4: 7665–7673.
- Leskovsek, V.; Podgornik, B.; 2012. Vacuum heat treatment, deep cryogenic treatment and simultaneous pulse plasma nitriding and tempering of P/MS390MC steel. *Mater. Sci. Eng. A* 531: 119–129.
- Luan, Y.; Song, N.; Bai, Y.; Kang, X.; Li, D. 2010. Effect of solidification rate on the morphology and distribution of eutectic carbides in centrifugal casting high-speed steel rolls, *Journal of Materials Processing Technology* 210: 536–541
- Mohan, L. D.; Renganarayanan, S.; Kalanidhi, A. 2001. “Cryogenic treatment to augment wear resistance of tool and die steels”, *Cryogenics* 41:149–155.
- Molinari, A.; Pellizzari, M.; Gialanella, S.; Straffelini G.; Stiasny, K. 2001. “Effect of deep cryogenic treatment on the mechanical properties of tool steels”, *J. Mater. Process. Technol.* (18): 350–355.
- Muthuraja, A.; Senthilvelan, S. 2015. Abrasive wear performance of tungsten carbide based self-lubricant cutting tool material, *Int. J.Refract. Met. Hard Mater.* 51: 91–101.
- Naravade, R.; Aher, A.; 2017. Analysis of wear behavior of d6 tool steel by influence of cryogenic treatment, *Journal (IRJET)* 04 (05) May.
- Naravade, R.; Belkar, S.; Kharde, R. 2013. Effects of Cryogenic Treatment, Hardening and Multiple Tempering on Wear Behavior of D6 Tool Steel, *Journal of Engineering and Science (IJES)*. 2 – 5: p.p. 01-15.
- Naravade, R.; Gujar, U.; Kharde, R. 2012. Optimization of Cryogenic Treatment on Wear Behaviour of D6 Tool Steel by Using DOE/RSM, *(IJEAT) ISSN: 2249 – 8958*, 2(2) December.

- Novikov, V. 2003. Concise Dictionary of Material Science, Taylor y Francis (ebook), p.98, Disponible en: <https://www.taylorandfrancis.com>
- Oppenkowski, A.; Weber, S.; Theisen, W. 2010. Evaluation of factors influencing deep cryogenic treatment that affect the properties of tool steels. *J. Mater. Process. Technol.* 210: 1949–1955.
- Pillai, N., Karthikeyan, R., Davim, J., 2017. A review on effects of cryogenic treatment of AISI ‘D’ series cold working tool steels, *Rev. Adv. Mater. Sci.* 51:149-159
- Pirtovsek, T.V.; Kugler, G.; Godec, M.; Tercelj, M. 2012. Three Important Points that Relate to Improving the Hot Workability of Ledeburitic Tool Steels, *The Minerals, Metals & Materials Society and ASM International*.
- Podgornik, B.; Leskovšek, V.; Vižintin, J. 2009. Influence of deep cryogenic treatment on tribological properties of P/M high-speed steel. *Mater Manuf Process* 24:734–738
- Podgornik, B.; Majdic, F.; Leskovseka, V. 2012. Vizintinb J. Improving tribological properties of tool steels through combination of deep cryogenic treatment and plasma nitriding. *Wear* 288: 88–93
- Ptačinová, J.; Sedlická, V.; Hudáková, M.; Dlouhý, I.; Jurčí, P., 2015. Microstructure – toughness relationships in sub-zero treated and tempered vanadis 6 steel compared to conventional treatment, *Materials Science & Engineering A*,
- Roberts, G.; Krauss, G.; Kennedy, R., 1998. *Tool Steels*: ASM International, 5th Edition,
- Rodenburg, C. W.; Rainforth, W.M. 2007. A quantitative analysis of the influence of carbides size distributions on wear behaviour of high-speed steel in dry rolling/sliding contact, *Acta Mater.* 55: 2443–2454.
- Saha, S K.; Prasad, L.; Kuma, V. 2012. Experimental investigations on heat treatment of cold work tool steels: Part 1, air hardening grade (D2). *Int J Eng Res Appl* 2(2): 510–519
- Senthilkumar, D.; Rajendran, I. 2011. Influence of shallow and deep cryogenic treatment on tribological behavior of En 19 steel. *J Iron Steel Res Int* 18(9):53–59
- Singh, LP.; Singh, J. 2012. Effects of cryogenic treatment on the cutting tool durability 3:111–23
- Sun, Y. 2013. Sliding wear behaviour of surface mechanical attrition treated AISI 304 stainless Steel *Tribol. Int.* 57: 67
- Thornton, R. 2014. Investigating the effects of cryogenic processing on the wear performance and microstructure of engineering materials, University of Sheffield.
- Thornton, R. 2014. Investigating the effects of cryogenic processing on the wear performance and microstructure of engineering material, Thesis submitted to degree of Doctor, University of Sheffield, p.104.
- Thornton, R.; Slatter, T.; Ghadbeigi, H. 2013. Effects of deep cryogenic treatment on the dry sliding wear performance of ferrous alloys, *Wear* 305:177–191
- Tyshchenko, A.I.; Theisen, W.; Oppenkowski, A.; Siebert, S.; Razumov, O.N; Skoblick, A.P.; Sirosh, V.A; Petrov, N.; Gavriljuk, V.G., 2010. Low-temperature martensitic transformation and deep cryogenic treatment of a tool steel, *Mater. Sci. Eng. A*, 527: 7027-7039.
- Villa, M.; Pantleon, K.; Somers, M.A.J. 2014. Evolution of compressive strains in retained austenite during sub-zero Celsius martensite formation and tempering. *Acta Mater.* 65, 383–392.
- Zhang, P.; Zhang, F.C.; Yan, Z.G.; Wang, T.S.; Qian, L.H. 2011. Wear property of low-temperature bainite in the surface layer of a carburized low carbon steel, *Wear*, 271: 697-704.
- Zhou, X.; Zhu, W.; Jiang, H.; Fang, F.; Tu, Y.; Giang, J. 2016. A New Approach for Refining Carbide Dimensions in M4 Super Hard High-Speed Steel, *Journal of Iron and Steel Research, International*, 23 (8): 800-807