

EFFECTS OF SUBZERO TREATMENTS ON CACBIDE ORGANIZATION TRANSFER OF SKD11 STEEL AFTER QUENCHING METHOD

Vu Van Khanh^{1*}, Tran Thi Mai², Nguyen Xuan Truong²

¹Nam Dinh University of Technology Education

²Institute of Energy and Mining Mechanical Engineering

ARTICLE INFO	ABSTRACT
Received: 14/10/2021 Revised: 28/02/2022 Published: 28/02/2022	The carbide organization determines the hardness and wear resistance of SKD11 steel. However, depending on the heat treatment method, this organization may change to improve the hardness of SKD11 steel. This paper presents the results of studying the carbide transformation process and properties of SKD11 steel when quenched at 1050°C with a holding time of 30 minutes and then cold-treated at temperatures (-20°C; -80°C) with two different time modes 2h and 24h. The results show that: In case SKD11 steel is tempered and kept heat, inside the steel appears carbide organization mainly in the form of M_7C_3 and the hardness is about 57HRC. In the case of cold-treated SKD11 steel, the residual martensite and austenitic solid solution in the steel has secreted a fine M_3C_2 carbide phase with size $0.1 \div 0.5 \mu m$; the amount of carbide tends to change depending on the temperature cold treatment -20°C (~16% carbide); -80°C (~20% carbide). Extended sub-zero treatment times tend to increase the carbide content in steel slightly but not significantly. After cryogenic treatment at different temperatures, steel samples have high hardness and stability above 63HRC.
KEYWORDS Cryogenic treatment Sub-zero Treatment Treatment Steel SKD11 Carbide	

ẢNH HƯỞNG CỦA PHƯƠNG PHÁP GIA CÔNG LẠNH ĐẾN SỰ CHUYỂN BIẾN TỔ CHỨC CACBIT TRONG THÉP SKD11 SAU KHI TÔI

Vũ Văn Khánh^{1*}, Trần Thị Mai², Nguyễn Xuân Trường²

¹Trường Đại học Sư phạm Kỹ thuật Nam Định

²Viện Cơ khí Năng lượng và Mỏ - Vinacomin

THÔNG TIN BÀI BÁO	TÓM TẮT
Ngày nhận bài: 14/10/2021 Ngày hoàn thiện: 28/02/2022 Ngày đăng: 28/02/2022	Tổ chức cacbit quyết định đến độ cứng và độ chịu mài mòn của thép SKD11. Tuy nhiên, tùy thuộc vào phương pháp xử lý nhiệt mà tổ chức này có thể thay đổi để nâng cao độ cứng của thép SKD11. Bài báo này trình bày kết quả nghiên cứu quá trình chuyển biến tổ chức cacbit và tính chất của thép SKD11 khi tôi ở nhiệt độ 1050°C với thời gian giữ nhiệt 30 phút và sau đó được xử lý lạnh ở các nhiệt độ (-20°C; -80°C) với 2 chế độ thời gian khác nhau 2h và 24h. Kết quả cho thấy rằng: Trường hợp thép SKD11 được tôi và giữ nhiệt thì bên trong thép xuất hiện tổ chức cacbit chủ yếu ở dạng M_7C_3 và độ cứng khoảng 57HRC. Trường hợp thép SKD11 được xử lý lạnh thì dung dịch rắn mactenxit và austenit dư trong thép đã tiết ra pha cacbit dạng M_3C_2 nhỏ mịn kích thước cỡ $0,1 \div 0,5 \mu m$, lượng cacbit có xu hướng thay đổi tùy thuộc vào nhiệt độ xử lý lạnh -20°C (~16% cacbit); -80°C (~20% cacbit). Thời gian xử lý lạnh kéo dài có xu hướng làm tăng nhẹ hàm lượng cacbit nhưng không đáng kể. Mẫu thép sau khi được xử lý lạnh ở các nhiệt độ khác nhau đều cho độ cứng cao và ổn định trên 63HRC.
TỪ KHÓA Xử lý nhiệt độ âm Gia công lạnh Xử lý nhiệt Thép SKD11 Cacbit	

DOI: <https://doi.org/10.34238/tnu-jst.5176>

* Corresponding author. Email: vukhanh.bk@gmail.com

1. Giới thiệu

Thép SKD11 là loại thép hợp kim dụng cụ với hàm lượng nguyên tố hợp kim cao theo tiêu chuẩn JIS G4404 của Nhật [1], chuyên dùng làm các loại khuôn dập nguội trong ngành công nghiệp như: ngành chế tạo, lắp ráp ô tô, xe máy và những ngành yêu cầu đặc thù [2]. Vì vậy, việc nghiên cứu về tổ chức, tính chất của thép SKD11 là hết sức cần thiết, việc nghiên cứu áp dụng các phương pháp xử lý nhiệt khác nhau nhằm tăng độ bền cho thép được nhiều nhà khoa học trong và ngoài nước quan tâm [3]-[8].

Với thép SKD11 có hàm lượng cacbon cao và nguyên tố hợp kim nhiều [9]. Do đó, khi tôi thép sử dụng môi trường tôi thông dụng thì trong thép sẽ còn một lượng đáng kể tổ chức austenit dư chưa được chuyển thành tổ chức mactenxit hay tiết ra tổ chức cacbit, điều này ảnh hưởng khá nhiều đến độ cứng và khả năng chống mài mòn của thép vì austenit là tổ chức khá mềm [9]. Hơn nữa, tổ chức austenit không ổn định và chuyển biến dần sang tổ chức mactenxit hoặc tiết ra cacbit ở trong điều kiện làm việc của khuôn, việc biến đổi tổ chức austenit thành tổ chức khác có liên quan đến sự giãn nở thể tích xấp xỉ 4% [10], dẫn đến việc tồn tại ứng suất dư trong thép, thậm chí có thể bị phá hủy [10]. Do đó, một trong những thách thức lớn nhất trong quá trình xử lý nhiệt thép SKD11 là hiểu rõ sự chuyển biến của các tổ chức nhằm loại bỏ những tổ chức có ảnh hưởng không có lợi cho thép. Tổ chức austenit trong thép có thể làm giảm bằng cách tôi luyện thông thường đó là tôi ở nhiệt độ cao, trong thời gian dài [9]. Tuy nhiên, quá trình này sẽ tạo ra tổ chức cacbit thô to dẫn đến độ cứng và độ bền thấp [10]. Với phương pháp xử lý lạnh ở nhiệt độ dưới 0°C thì tổ chức của thép có sự thay đổi đáng kể và cải thiện được độ cứng, độ bền cho thép [8]. Phương pháp xử lý lạnh được nhà khoa học Scott bắt đầu nghiên cứu năm 1920 [11] và đã có khá nhiều công trình nghiên cứu chỉ ra có nhiều tác dụng có lợi, đặc biệt là nâng cao tuổi thọ sử dụng [7]-[12], [14], [15].

Do thép SKD11 thuộc họ Lêđêburit với hàm lượng nguyên tố hợp kim cao nên trong tổ chức của thép tồn tại nhiều cacbit, nên việc nghiên cứu tổ chức này là hết sức cần thiết và quan trọng. Với tổ chức cacbit thô to sẽ làm giảm cơ tính của thép vì thế cần phải làm tăng được tổ chức cacbit nhỏ mịn của thép sau tôi, khi đó sẽ nâng cao được độ cứng, khả năng chịu mài mòn và tuổi thọ của chi tiết [9]. Nhóm nghiên cứu Jang Hyun Sung và cộng sự đã chỉ ra rằng, trong thép SKD11 sau khi thấm cacbon được đem xử lý lạnh ở -100°C, tập trung chủ yếu của cacbit dạng M_7C_3 trong nền dung dịch rắn austenit dư và mactenxit [15]. Tuy nhiên, hiện chưa thấy công trình nghiên cứu cụ thể nào đánh giá sự thay đổi tổ chức cacbit khi xử lý lạnh thép SKD11 sau tôi và độ cứng của thép sau khi được xử lý. Nghiên cứu ảnh hưởng của thời gian và nhiệt độ gia công lạnh đến lượng pha cacbit và độ cứng của thép SKD11 là cần thiết để mở rộng ứng dụng của mác thép này.

2. Thực nghiệm

2.1. Phương pháp nghiên cứu

Thép dụng cụ SKD11 với thành phần gồm: 1,49%C; 12,32%Cr; 1,01%Mo; 0,37%V; 0,37%W; 0,26%Mn; 0,33%Si, còn lại là Fe được cắt thành các mẫu nhỏ với kích thước 20x13x2mm. Mẫu nghiên cứu được tôi ở nhiệt độ 1050°C giữ nhiệt trong thời gian 30 phút (nung phân cấp lần 1 tại 650°C, giữ nhiệt 10 phút; nung phân cấp lần 2 tại 850°C, giữ nhiệt 10 phút), làm nguội trong dầu nóng 60-80°C, sau đó được tiến hành xử lý lạnh ở (-20°, -80°) trong thời gian 2h và 24h nhằm đánh giá sự thay đổi và chuyển biến của tổ chức cacbit trong thép. Các mẫu sau khi được tôi và xử lý lạnh được khảo sát về tổ chức các pha, sự phân bố các pha, hình dáng và kích thước của các pha bằng các phương pháp như: hiển vi quang học, hiển vi điện tử quét SEM.

2.2. Thiết bị dùng nghiên cứu

Lò của hãng Nabertherm do Đức sản xuất, công suất lò P=3,6 KW, nhiệt độ tối đa 1280°C.

Kính hiển vi quang học: Axiovert 25CA dùng để quan sát và chụp ảnh tổ chức tế vi và sử dụng phần mềm Materials-Pro Analyzer để xác định hàm lượng cacbit.

Lò xử lý lạnh sử dụng trong nghiên cứu là loại thiết bị làm lạnh trực tiếp do Đức chế tạo. Chất làm lạnh là nitơ lỏng (LN- liquid nitrogen) có nhiệt độ hóa hơi (-196°C).

Thiết bị phân tích thành phần kim loại và hợp kim bằng quang phổ phát xạ: Metal LAB 75/80J MVU-GNR – Italia.

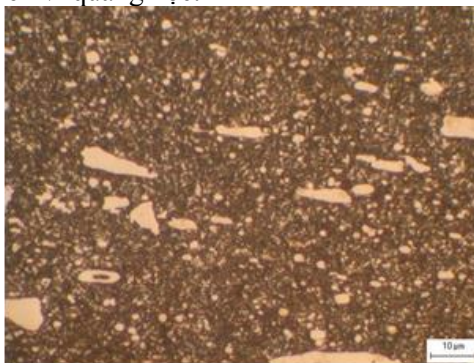
Thiết bị phân tích định tính, định lượng vật liệu đa tinh thể bằng nhiễu xạ Ronghen: Miniflex 600-Gigaku – CHLB Đức.

Hiển vi điện tử quét SEM JED-2300 Analysis Station (JEOL).

3. Kết quả và thảo luận

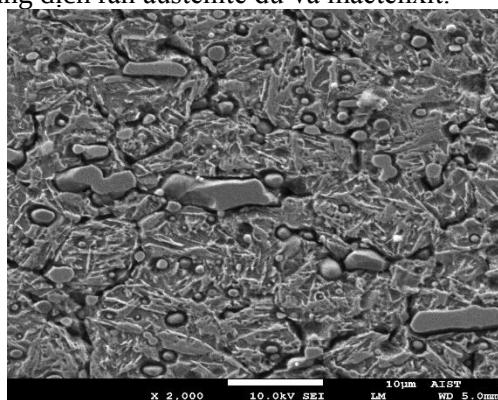
3.1. Tổ chức và tính chất của thép SKD11 sau tôi

Các mẫu nghiên cứu sau khi tôi ở nhiệt độ 1050°C được mài, đánh bóng, tẩm thực và chụp ảnh tổ chức tế vi trên kính hiển vi quang học.

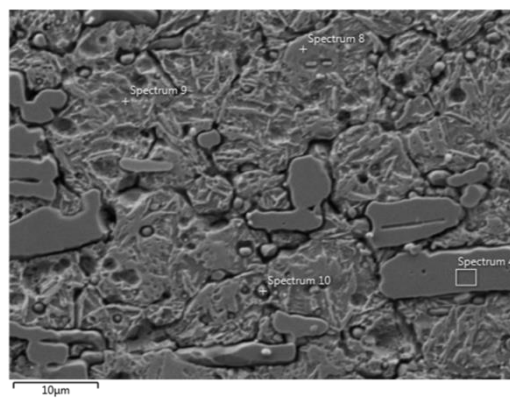


Hình 1. Tổ chức thép SKD11 sau tôi ở nhiệt độ 1050°C

Với thành phần của thép SKD11 sau khi tôi sẽ bao gồm: các hạt cacbit (chiếm 10,3%), austenit dư (chiếm 29,5%) và mactenxit (chiếm 60,2%). Cacbit gồm hai loại là cacbit sơ cấp và cacbit thứ cấp đều được hình thành khi làm nguội thành dung dịch rắn. Cacbit sơ cấp thô không hòa tan trong quá trình làm nguội thép. Cacbit thứ cấp là cacbit tiết ra từ dung dịch rắn khi làm nguội nên có kích thước nhỏ hơn. Dựa vào ảnh tổ chức tế vi của thép (Hình 1) nhận thấy ở đây sẽ có các hạt cacbit sơ cấp thô và cacbit thứ cấp đa cạnh có kích thước nhỏ hơn trên nền hỗn hợp dung dịch rắn austenite dư và mactenxit.



(a)

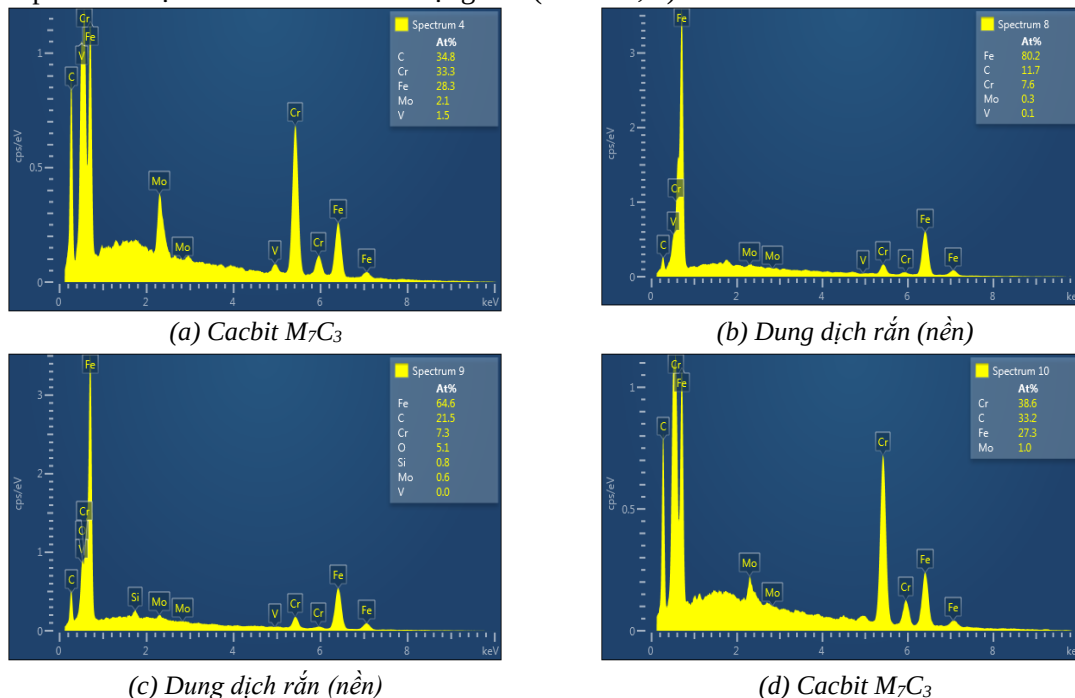


(b)

Hình 2. Ảnh SEM của thép SKD11 sau tôi ở nhiệt độ 1050°C

Khi phân tích ảnh SEM (Hình 2) có thể thấy rõ hình thái của các tổ chức này trên ảnh điện tử thứ cấp (SE) khi sử dụng kính hiển vi điện tử quét các hạt cacbit sơ cấp thô to có kích thước cỡ $10\text{ }\mu\text{m}$

và cacbit nhỏ có kích thước cỡ $1\div 2\ \mu\text{m}$. Cacbit thứ cấp chủ yếu tập trung ở biên giới hạt vì đây là nơi có năng lượng tự do lớn, tích tụ nhiều lệch nhất. Tiến hành phân tích thành phần tại các hạt trong tổ chức sau khi tôi ở nhiệt độ 1050°C càng khẳng định được rõ đây là các hạt cacbit và thành phần của hạt cacbit sau khi tôi ở dạng nào (Hình 2b, 3).



Hình 3. Kết quả phân tích EDX của thép SKD11 sau tôi ở nhiệt độ 1050°C

Kết quả phân tích thành phần các pha tồn tại trong thép sau tôi được trình bày ở Hình 3 và giá trị cụ thể được đưa ra ở Bảng 1.

Bảng 1. Thành phần các nguyên tố trong các pha sử dụng phương pháp EDX

Vị trí phân tích	Thành phần nguyên tố [% nguyên tử]				
	Fe	C	Cr	Mo	V
4	28,3	34,6	33,3	2,1	1,5
6	80,2	11,7	7,6	0,3	0,1
9	64,6	21,5	7,3	0,6	0
10	27,3	33,2	38,6	1,0	0

Nhận thấy, thành phần cacbit sơ cấp bao gồm các nguyên tố Fe, Cr, Mo, V với tổng lượng khoảng 67% nguyên tử, phần còn lại là cacbon chiếm 33% nguyên tử, đây là loại cacbit kiểu M_7C_3 . Cacbit thứ cấp có thành phần tương tự và không thấy xuất hiện cacbit kiểu $M_{23}C_6$ có thể là do lượng cacbon lớn nên sẽ ưu tiên hình thành cacbit kiểu M_7C_3 . Kết quả phân tích nền cho thấy hàm lượng C chiếm khoảng 11% đến 21% nguyên tử, phần còn lại chủ yếu là Fe. Có thể dự báo tổ chức nền là dung dịch rắn austenit dư và mactenxit.

Bảng 2. Độ cứng của thép sau khi tôi

Mẫu sau tôi	Độ cứng (HRC)			
	Lần 1	Lần 2	Lần 3	Trung bình
1050°C	57,1	57,5	56,6	57,1

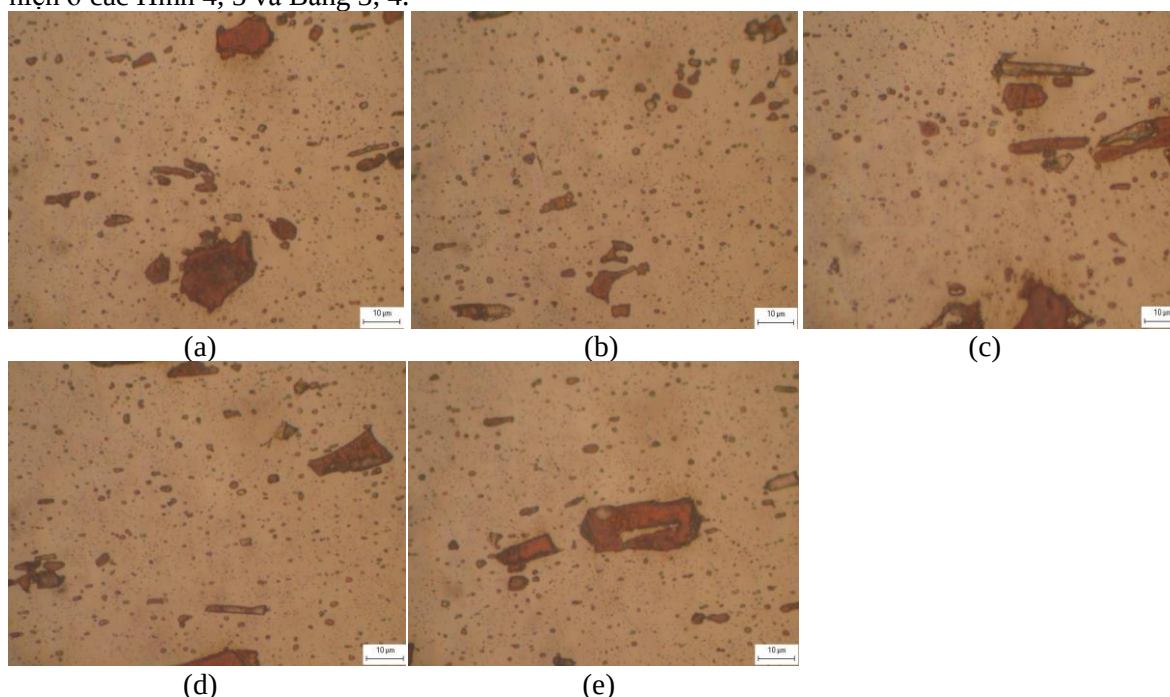
Độ cứng sau tôi ở nhiệt độ 1050°C có giá trị khá cao (Bảng 2) khoảng 57 HRC. Tuy nhiên, giá trị độ cứng này không đảm bảo yêu cầu độ cứng của khuôn dập nguội, đặc biệt là khuôn dập cắt.

Vì thép SKD11 với hàm lượng cacbon cao, đồng thời tôi ở nhiệt độ cao sau khi tôi sẽ còn một lượng lớn austenit dư, đây là tổ chức ảnh hưởng khá nhiều đến độ cứng và độ chịu mài mòn của thép khi làm việc.

3.2. Tổ chức và tính chất của thép sau xử lý lạnh

3.2.1. Ảnh hưởng của nhiệt độ xử lý lạnh đến hàm lượng cacbit

Để tính toán lượng cacbit có trong mẫu bằng phần mềm Materials-Pro Analyzer trên kính hiển vi quang học cần tiến hành tẩm thực màu lên mẫu với mục đích chỉ lên tổ chức cacbit, sau đó chụp 5 ảnh tại các vị trí khác nhau trên cùng một mẫu để tính toán và lấy giá trị trung bình. Ảnh tổ chức và kết quả tính toán hàm lượng cacbit của các mẫu xử lý lạnh tại -20°C và -80°C được thể hiện ở các Hình 4, 5 và Bảng 3, 4.



Hình 4. Tổ chức tế vi của mẫu sau xử lý lạnh ở nhiệt độ -20°C .

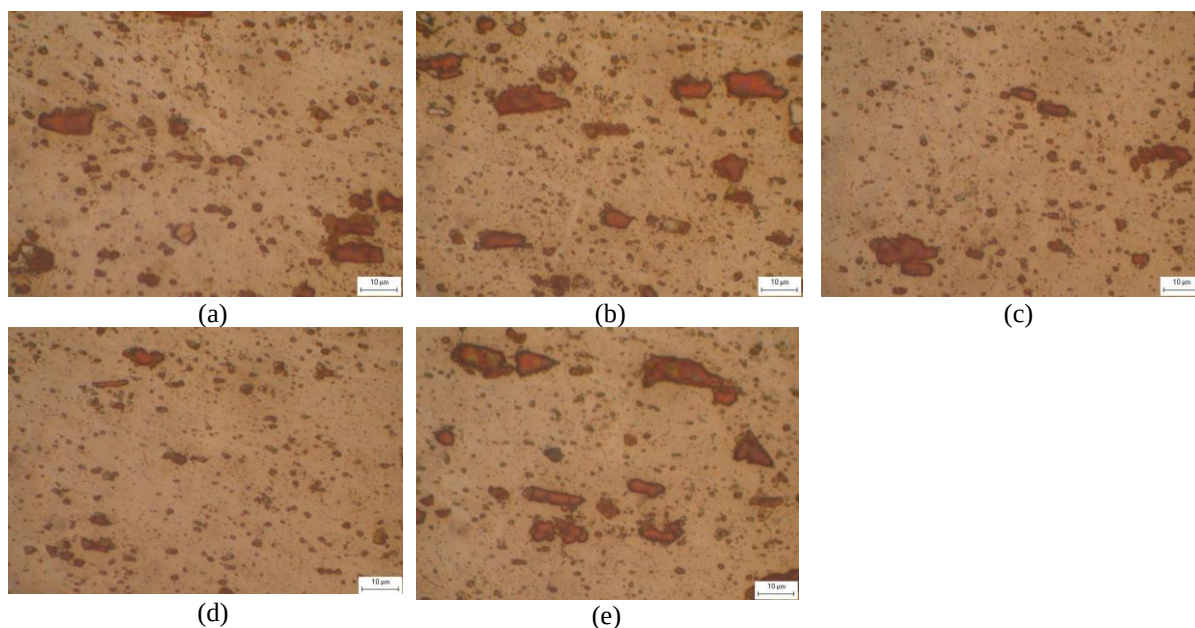
Bảng 3. Hàm lượng cacbit của các mẫu sau xử lý lạnh ở nhiệt độ -20°C

Ảnh phân tích	4a	4b	4c	4d	4e	Trung bình
Hàm lượng cacbit (%)	19,14	17,59	18,73	13,52	13,12	16,42
Hàm lượng austenit (%)	13,04	18,27	19,34	23,16	24,18	19,60
Hàm lượng mactenxit (%)	67,82	64,14	61,93	63,32	62,70	63,98

Bảng 4. Hàm lượng cacbit của các mẫu sau xử lý lạnh ở nhiệt độ -80°C

Ảnh phân tích	5a	5b	5c	5d	5e	Trung bình
Hàm lượng cacbit (%)	20,46	24,35	17,83	13,59	22,82	19,8
Hàm lượng austenit (%)	12,58	10,27	18,04	22,71	12,18	15,16
Hàm lượng mactenxit (%)	66,96	65,38	64,13	63,70	65,0	65,04

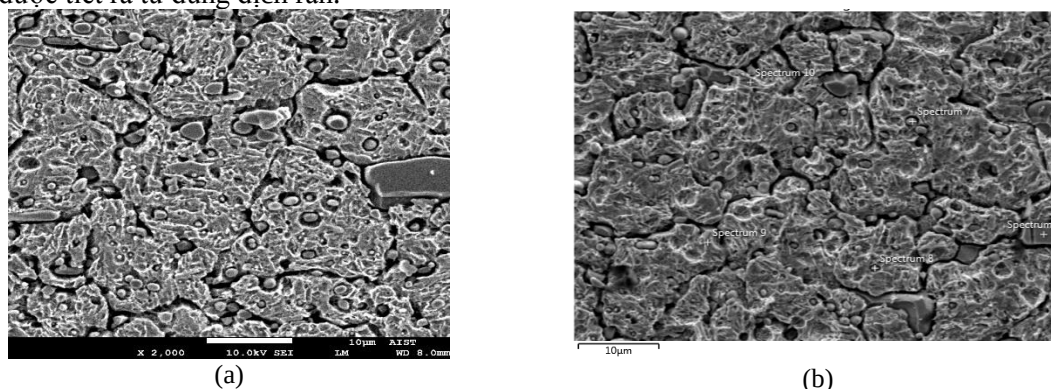
Nhận thấy, hàm lượng cacbit sau khi xử lý ở nhiệt độ thấp hơn có xu thế tăng, điều này có thể do lúc này austenit dư ở nhiệt độ thấp hơn chuyển biến sang tổ chức mactenxit, từ đó sẽ tiết ra nhiều tổ chức cacbit hơn.



Hình 5. Tổ chức tế vi của mẫu sau xử lý lạnh ở nhiệt độ -80°C .

3.2.2. Tổ chức của thép sau tôi khi được xử lý lạnh

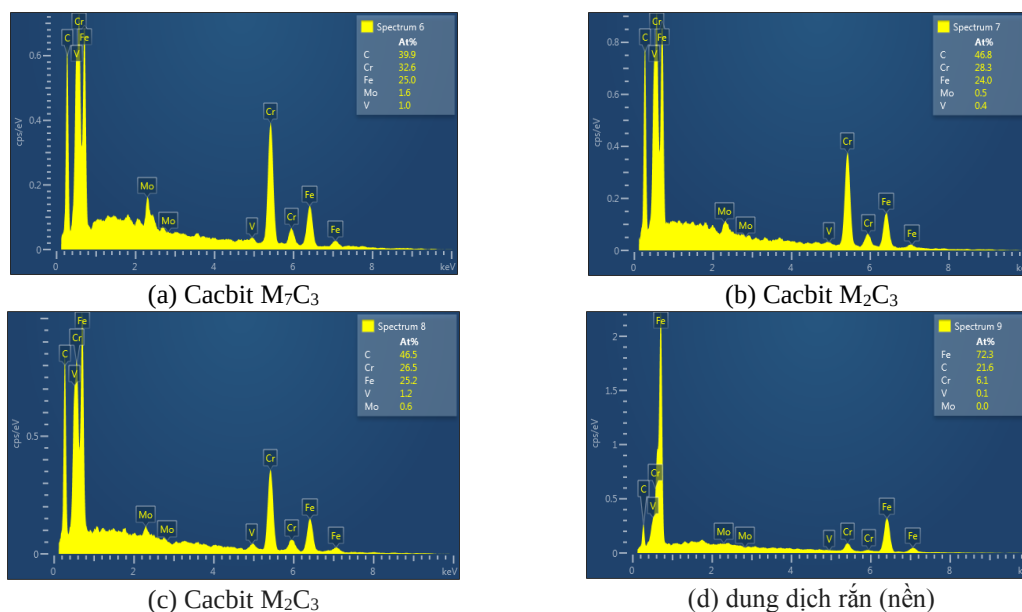
Tiến hành phân tích ảnh của mẫu được xử lý lạnh ở nhiệt độ -80°C , trong thời gian 2h. Nhận thấy, so với tổ chức sau khi tôi, tổ chức sau khi xử lý lạnh về cơ bản cũng gồm các pha cacbit và dung dịch rắn. Tuy nhiên, trên ảnh SEM (Hình 6) của thép sau khi xử lý lạnh ở nhiệt độ -80°C có thể thấy xuất hiện thêm một lượng lớn cacbit nhỏ mịn kích thước cỡ $0,1 \div 0,5 \mu\text{m}$ lượng cacbit này được tiết ra từ dung dịch rắn.



Hình 6. Ảnh SEM của thép SKD11 sau khi được xử lý lạnh ở nhiệt độ -80°C

Để xác định rõ hơn thành phần của các pha trong mẫu nghiên cứu đã thực hiện phân tích phổ EDX ở một số vị trí lựa chọn trên ảnh SEM (Hình 6b). Kết quả phổ EDX các điểm nghiên cứu được đưa ra trên Hình 7.

Dựa vào kết quả phân tích EDX (Bảng 5), có thể thấy rằng ngoài cacbit sơ cấp chưa hòa tan và nền là dung dịch rắn như ở tổ chức sau khi tôi thì sau khi xử lý lạnh đã bắt đầu có sự xuất hiện của cacbit nhỏ mịn, giàu cacbon được dự đoán là M_3C_2 (với $\%C \approx 40\%$, $\%M \approx 60\%$) (Hình 7b,c). Điều này có thể được giải thích là sau khi được gia công lạnh, austenit dư sẽ chuyển biến dần sang mactenxit, do vậy mà tổ chức austenit dư giảm dần. Mactenxit được tạo ra lúc này giàu cacbon hơn, khi xử lý lạnh ở nhiệt độ thấp sẽ tạo ra độ quá nguội lớn nên lượng mầm cacbit tạo thành sẽ nhiều, từ đó hạt nhỏ mịn. Đồng thời, cacbit được tiết ra từ mactenxit giàu cacbon nên ưu tiên tạo thành cacbit dạng M_3C_2 .



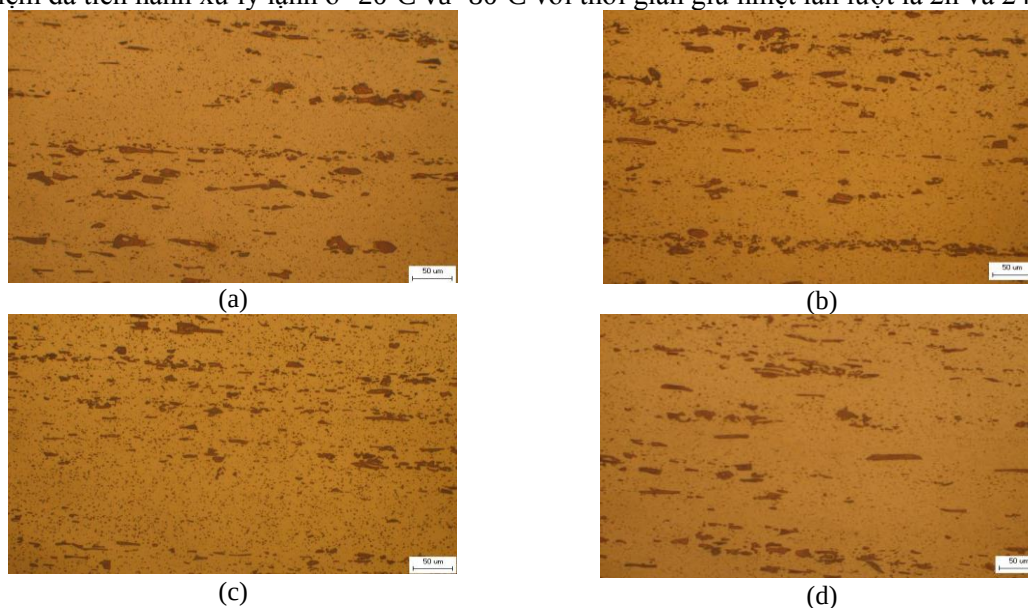
Hình 7. Kết quả phân tích EDX của thép SKD11 sau khi được xử lý lạnh ở nhiệt độ -80°C

Bảng 5. Thành phần các nguyên tố trong các pha sau xử lý lạnh

Vị trí phân tích	Thành phần nguyên tố [% nguyên tử]				
	Fe	C	Cr	Mo	V
6	25,0	39,9	32,6	1,6	1,0
7	28,3	46,8	24,0	0,5	0,4
8	25,2	46,5	26,5	1,2	0,6
9	72,3	21,6	6,1	0,1	0

3.2.3. Ảnh hưởng của thời gian xử lý lạnh tới tổ chức và tính chất của thép

Nghiên cứu vai trò ảnh hưởng của thời gian giữ nhiệt đến việc tạo mầm cacbit trong thép, thực nghiệm đã tiến hành xử lý lạnh ở -20°C và -80°C với thời gian giữ nhiệt lần lượt là 2h và 24h.



Hình 8. Ảnh tổ chức tế vi các mẫu tấm thực màu hiển thị cacbit
(a) $x200/-20/2h$; (b) $x200/-20/24h$; (c) $x200/-80/2h$; (d) $x200/-80/24h$

Bảng 6. Hàm lượng cacbit, austenit dư và độ cứng mẫu

Mẫu	-20/2h	-20/24h	-80/2h	-80/24h
Hàm lượng cacbit (%)	15,860	16,039	17,710	19,943
Hàm lượng austenit (%)	23,704	19,906	18,106	13,382
Hàm lượng mactenxit (%)	60,436	64,055	64,184	66,675
Độ cứng [HRC]	63,6	64,8	65,4	65,9

Tổ chức thép sau tôi được xử lý lạnh ở nhiệt độ -20°C và -80°C với thời gian giữ nhiệt 2h và 24h được thể hiện ở Hình 8. Tổ chức tế vi sử dụng ảnh kim tương không thấy có sự khác biệt lớn về hình thái cũng như phân bố của các loại cacbit trong thép. Kết quả tính toán hàm lượng cacbit (Bảng 6) cho thấy, nếu tăng thời gian giữ nhiệt thì cacbit tiết ra nhiều hơn, tuy nhiên lượng tăng lên là không đáng kể khi xử lý lạnh ở -20°C , nhưng khi xử lý lạnh ở -80°C lượng cacbit tăng nhẹ (khoảng 2%). Còn hàm lượng austenit dư giảm đáng kể khi tăng thời gian và giảm nhiệt độ. Từ đó có thể dự báo, tăng thời gian giữ nhiệt ở -80°C có thể tạo điều kiện xuất hiện thêm mầm cacbit; trong khi ở -20°C động lực tạo mầm nhỏ nên ảnh hưởng của thời gian giữ nhiệt là rất nhỏ.

Độ cứng của mẫu thép sau xử lý lạnh ở nhiệt độ -80°C trên 65HRC cao hơn nhiều so với độ cứng của thép sau khi tôi (khoảng 57HRC). Nguyên nhân là do khi xử lý lạnh lượng cacbit tiết ra nhiều dẫn tới tổ chức dung dịch rắn austenit dư bị giảm dần. Việc tiết ra một lượng lớn cacbit sẽ có tác dụng rất lớn đến việc tăng khả năng chống mài mòn và tăng tuổi thọ cho các dụng cụ biến dạng nguội.

4. Kết luận

- Tổ chức sau khi tôi của thép SKD11 cacbit xuất hiện chủ yếu ở dạng M_7C_3 độ cứng khoảng 57HRC, sau khi được xử lý lạnh ở nhiệt độ -20°C ; -80°C độ cứng của thép đã tăng lên và đã xuất hiện ra cacbit dạng M_3C_2 với kích thước nhỏ mịn cỡ $0,1 \div 0,5 \mu\text{m}$.

- Khi giảm nhiệt độ xử lý lạnh, hàm lượng cacbit có xu hướng tăng lên -20°C (~16% cacbit); -80°C (~20% cacbit), khi đó độ cứng của thép SKD11 cũng tăng lên tương ứng.

- Kéo dài thời gian xử lý lạnh sẽ làm tăng hàm lượng cacbit được tiết ra nhưng không nhiều và độ cứng của thép thay đổi không đáng kể.

Tuy nhiên, nghiên cứu mới chỉ dừng lại khi xử lý lạnh ở các nhiệt độ chưa âm sâu (lớn hơn -100°C) nên chưa phân tích kỹ được hết sự chuyển biến của tổ chức cacbit. Trong thời gian tới cần có những nghiên cứu gia công lạnh ở nhiệt độ âm sâu dưới -100°C .

TÀI LIỆU THAM KHẢO/ REFERENCES

- [1] ASM International, *ASM Metals Handbook Vol 4 - Heat Treating*, 10th ed, USA, 1991.
- [2] V. T. Trinh, V. T. Nguyen, V. G. Hoang, A. S. Nguyen, H. T. Pham, T. H. Nguyen, and H. D. Bui, "Study on heat treatment of SKD11 steel for high precise gauges using for mechanical assembly," *Science and Technology of Metals*, vol. 87, pp. 33-39, 2019.
- [3] Y. Meng, J. -Y. Zhang, H. Zhan, Q. Chen, J. Zhou, S. Sugiyama, and J. Yanagimoto, "Effects of subsequent treatments on the microstructure and mechanical properties of SKD11 tool steel samples processed by multi-stage thixoforging," *Materials Science and Engineering A*, vol. 762, 2019, Art. no. 138070, doi: 10.1016/j.msea.2019.138070.
- [4] T. T. H. Phung and A. S. Nguyen, "Decode defects to improve the quality of cold working dies of SKD11 Steel," *Science and Technology of Metals*, vol. 35, pp. 31-35, 2011.
- [5] V. H. Nguyen and T. C. Le, "Low temperature carbonitriding of die steels SKD61 and SKD11 by liquid method for diffusion layer with dispersive carbide and nitride particles," *Science and Technology of Metals*, vol. 10, pp.25-29, 2007.
- [6] T. T. H. Phung and V. D. Nguyen, "Nitriding of SKD11 Steel used for the deep drawing an press forming dies," *Science and Technology of Metals*, no. 32, pp. 36-40, 2010.
- [7] D. Das, A. K. Dutta, and K. K. Ray, "Sub-zero treatments of AISI D2 steel: Part I. Microstructure and hardness," *Materials Science and Engineering A*, vol. 527, pp. 2182-2193, 2010.
- [8] D. Das, A. K. Dutta, and K. K. Ray, "Sub-zero treatments of AISI D2 steel: Part II. Wear Behaviour," *Materials Science and Engineering A*, vol. 527, pp. 2194-2206, 2010.

-
- [9] G. Roberts, G. Krauss, and R. Kennedy, *Tool Steels*, 5th ed, ASM International, Metals Park, OH, USA.
- [10] R. E. Reed-Hill and R. Abbashian, *Physical Metallurgy Principles*, 3rd ed, PWS Publishing Company, Boston.
- [11] H. Scott, "Relation of the high-temperature treatment of high-speed steel to secondary hardening and red-hardness" *Scientific Papers of the Bureau of Standards*, vol. 16, no. 395, pp. 521-536, 1920
- [12] D. N. Korade, "Effect of Deep Cryogenic treatment on Tribological Behaviour of D2 Tool Steel - An Experimental Investigation," *Materials Today: Proceedings*, vol. 4, no. 8, pp. 7665-7673, 2017.
- [13] K. Masuda, M. Oguma, S. Ishihara, and A. J. McEvily, "Investigation of subsurface fatigue crack growth behavior of D2 tool steel (JIS SKD11) based on a novel measurement method," *International Journal of Fatigue*, vol. 133, April 2020, Art. no. 105395, doi: 10.1016/j.ijfatigue.2019.105395
- [14] D. N. Collins and J. Dormer, "Deep cryogenic treatment of a D2 cold-work tool steel," *Heat Treat Met*, vol. 3, p. 71e4, 1997.
- [15] J. H. Sung, C. G. Lee, Y. Z. You, Y. K. Lee, and J. Y. Kim, "Microstructural Changes of SKD11 Steel during Carbide Dispersion Carburizing and Subzero Treatment," *Solid State Phenomena*, vol. 118, pp. 115-120, 2016.