

## Takım Çeliklerinin Kriyojenik İşlemi

<sup>1</sup>Abdurrahman Çetin and <sup>2\*</sup>Adem Çiçek

<sup>1</sup>Sakarya Vocational School of Higher Education, Sakarya University, Sakarya, Turkey

<sup>2</sup>Faculty of Engineering and Natural Sciences, Department of Mechanical Engineering, Yıldırım Beyazıt University, Ankara, Turkey

### Özet

Kriyojenik işlem, son yıllarda mühendislik malzemelerinin mekanik özelliklerini iyileştirmede yaygın olarak kullanılan bir ısıl işlem türüdür. Bu işlemin, takım çeliklerinin aşınma direncine önemli katkılar sağladığına dair bilgiler literatürde yer almaktadır. Aşınma, sürtünme etkisiyle oluşan kütle kaybı olarak tanımlanmakla birlikte malzemelerin servis ömrünü belirleyen en önemli kriterlerden birisidir. Dolayısıyla mühendislik malzemelerinin aşınma direncinin artırılması ürün maliyetleri açısından önem arz etmektedir. Bu çalışmada takım çeliklerinin aşınma direncini iyileştirmede kullanılan kriyojenik işlem uygulamaları ele alınacak ve kriyojenik işlem ile bu çeliklerin aşınma direncinin iyileşmesinde etkili olan mekanizmalar tartışılacaktır.

**Key words:** Kriyojenik işlem, aşınma direnci, mühendislik malzemeleri

## Cryogenic Treatment for Tool Steels

### Abstract

Cryogenic treatment is a type of heat treatment widely used in improving mechanical properties of engineering materials in recent years. Some information about its positive contributions on the improvements in wear resistance of tool steels takes part in literature. Wear which is defined as the mass loss occurring with the effect of the friction is one of the most important factors determining service life of the materials. Hence, it is important to provide an improvement in wear resistance of engineering materials in terms of product costs. In this study, the cryogenic treatment applications used in improvement of wear resistance of tool steels handled and the mechanisms that are effective on the improvement of the wear resistance of this steels by cryogenic treatment will be discussed.

**Key words:** Cryogenic treatment, Wear resistance, Engineering materials

### 1. Giriş

Soğubilim olarak da adlandırılan kriyojeni çok düşük sıcaklıkların elde edilmesi (-273 °C'nin üstündeki sıcaklıklar) ve bu sıcaklıkların etkileriyle ilgilenen bir bilim dalıdır. Bu bilim dalı tıp, gıda ve mühendislik gibi birçok alanda kendine uygulama alanı bulmuş ve halen yaygın olarak kullanılmaktadır [1]. Talaşlı imalat alanında kriyojen sıvılar (azot, oksijen, helyum vs.) iki farklı şekilde kullanılmaktadır. Bunlardan ilki kriyojenik işleme adı verilen ve özellikle titanyum

\*Corresponding author: Adem Cicek. Address: Faculty of Engineering and Natural Sciences, Department of Mechanical Engineering, Yıldırım Beyazıt University, 06010, Ankara TURKEY. E-mail address: acicek@ybu.edu.tr, Phone: +903123241555Fax: +903123241505

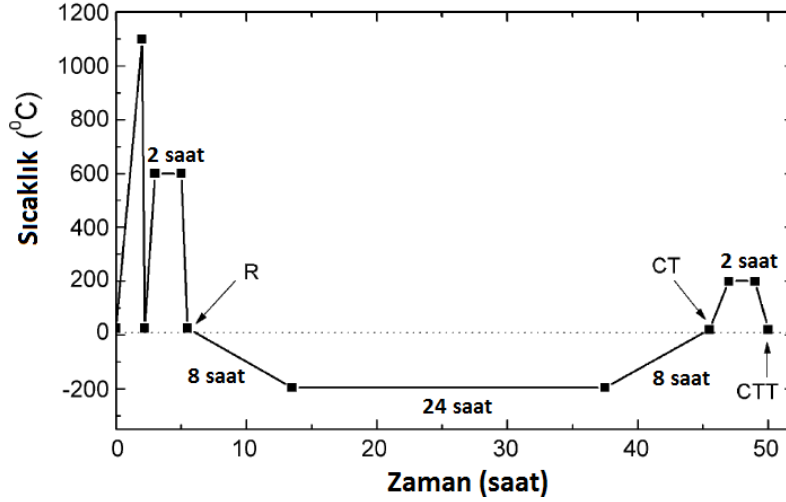
alaşımları ve süper alaşımlar gibi işlenebilirliği zor olan malzemelerin talaşlı imalatında kesme sıcaklıklarının azaltılması için kesme sıvısı olarak kriyojenik sıvıların kullanılmasıdır [2] İkincisi ise kriyojenik işlem adı verilen ve özellikle takım çelikleri [3], yüksek kromlu dökme demirler [4] ve tungsten karbür [5] gibi malzemelerin mekanik ve fiziksel özelliklerinde iyileştirmeler sağlayan kriyojenik sıvı veya gaz ortamında belirli sürelerde bekletmeyi esas alan bir ısıl işlem türüdür. Kriyojenik işlem su verme ve temperleme işlemleri arasında uygulanmaktadır. Kriyojenik işlemde malzemeler su verme sonrası kriyojenik sıcaklıklara kademeli bir şekilde soğutulmakta, bu sıcaklıklarda belirli bir miktar bekletildikten sonra tekrar oda sıcaklığına kademeli olarak ısıtılmaktadır. Kriyojenik işlem literatürde genellikle iki farklı şekilde uygulanmaktadır. Bunlardan ilki sıg kriyojenik işlem (SKİ) olup uygulama sıcaklıkları  $-125^{\circ}\text{C}$ 'nin altındaki sıcaklıklardır. Diğeri ise derin kriyojenik işlem (DKİ) olup uygulama sıcaklıkları  $-125^{\circ}\text{C}$  ila  $-196^{\circ}\text{C}$ 'dir [6]. Ayrıca literatür çalışmalarında kriyojenik sıcaklıklarda farklı bekletme sürelerinin araştırma malzemelerin mekanik ve fiziksel özelliklerine etkileri de araştırma konusu olmuştur. Düşük sıcaklıkların ve bu sıcaklıklarda bekletme sürelerinin etkisiyle kriyojenik işlem demir-karbon alaşımlarında ısıl işlem sonrası mikroyapıda kalan ve yumuşak faz olan östenitin sert faz olan martenzite dönüşmesini sağlamaktadır. Ayrıca hem demir-karbon alaşımlarında hem de tungsten karbür malzemelerde temperleme işlemi sonrası ikincil sert karbür yapılarının çökmesini sağlamaktadır. Mikroyapıdaki bu değişimler bu malzemelerin sertlik ve aşınma direncini artırmaktadır. Sertlik ve aşınma direncinin yanı sıra malzemelerin tokluk, kalıntı gerilme ve yorulma ömründe de iyileşmeler sağlandığına dair bilgiler literatürde yer almaktadır. Sağladığı üstün mekanik ve fiziksel özellikler nedeniyle kriyojenik işlem son yıllarda popüler bir çalışma konusu olmuş ve birçok araştırmacı tarafından birçok farklı malzemeye farklı yöntemlerle uygulanmıştır.

Bu çalışmada son yıllarda takım çeliklerine farklı yöntemlerle uygulanan kriyojenik işlem türleri irdelenecek ve bu yöntemlerin malzemenin mekanik etkileri tartışılacaktır.

## 2. Kriyojenik işlem

Takım çelikleri, mühendislik malzemelerin işlenmesi ve şekillendirilmesinde kullanılan çelikler olup toplam çelik üretiminin % 8'i kadar üretilen takım çeliklerinin kullanımı her geçen yıl artış göstermektedir. Takım çelikleri ötektoid kompozisyon üzerinde karbon içermeleri halinde içyapıda çözünmeyen ve çeliğin aşınma direncini iyileştiren sert karbür yapılarını oluştururlar. Ayrıca, bazı takım çeliği gruplarının martenzit bitiş sıcaklığı oda sıcaklığının oldukça altındadır (sıfır altı sıcaklıklar). Konvansiyonel östenitleme işlemi sonrası oda sıcaklığına kadar bu çeliklerin soğutulması sonucunda çeliğin içyapısı sert faz olan tamamen martenzite dönüşmemekte ve içyapıda çeliğin aşınma direncini olumsuz etkileyen ve yumuşak bir faz olan östenit ısıl işlem tipine bağlı olarak belirli miktarlarda kalmaktadır. Isıl işlem sonrası kalan östenit fazının martenzite dönüştürme ve sert karbür yapılarını oluşturarak çeliğin sertliğini ve aşınma direncini artırmak için en etkili yöntem kriyojenik işlemdir. Kriyojenik işlem su verme ve temperleme işlemleri arasında düşük sıcaklıklarda (sıfırtı) ve belirli sürelerde mühendislik malzemelerine uygulanan konvansiyonel ısıl işlemi tamamlayıcı bir ısıl işlem türüdür. Şekil 1'de M2 yüksek hız çeliğine uygulanan konvansiyonel ısıl işlem ve kriyojenik işlem örneği verilmiştir. Şekil 1'den de görülebileceği gibi su verme işlemi, kriyojenik işlem ve son olarak temperleme işlemi yüksek hız çeliğine uygulanmıştır. Bu uygulamada ayrıca su verme sonrası ve kriyojenik işlem öncesi  $600^{\circ}\text{C}$ 'de bir ön temperleme işlemi yapılarak ön temperleme sonrası (R),

kriyojenik işlem sonrası (CT) ve kriyojenik işlem sonrası temperleme işleminden sonra (CTT) takım çeliğinin aşınma direncindeki iyileşme tespit edilmeye çalışılmıştır. Yapılan aşınma deneyleri sonucunda, CT ve CTT yüksek hız çeliklerinin aşınma direncinde sırasıyla %77 ve %126 oranında iyileşme tespit edilmiştir [7].



Şekil 1. Takım çelikleri için konvansiyonel ısıl işlem ve kriyojenik işlem örneği

Bu ısıl işlem çevriminden farklı olarak 150 °C'de 2 saat süreyle yapılan üç adet temperleme ile temperleme sayısını değiştirerek temperlemenin aşınma direnci üzerine etkisi belirlenmiştir. Fakat aşınma direnci bakımından değerlendirildiğinde, temperleme sayısı arttıkça AISI D3 takım çeliğinin aşınma direnci olumsuz etkilenmiş olup en iyi aşınma direncini tek temperlemeli çelikler sağlamıştır [8]. AISI D6 takım çeliğinde yapılan çalışmada da benzer bir sonuç elde edilmiştir [9]. Farklı temperleme sıcaklıkları da bu kapsamda çalışma konusu olmuş temperleme sıcaklığının 500 °C'den 600 °C'ye çıkarıldığında yüksek hız çeliğinin aşınma direncinin arttığına dair bilgiler literatürde mevcuttur [10]. Kriyojenik işlem, aşınma direncini AISI M2 takım çeliğinde (Pin on disk 50N / 0.272 m/s) %135 ve AISI D3 takım çeliğinde [11,12] (Pin on disk 30N / 0.25 m/s) %174 oranında artırmıştır.

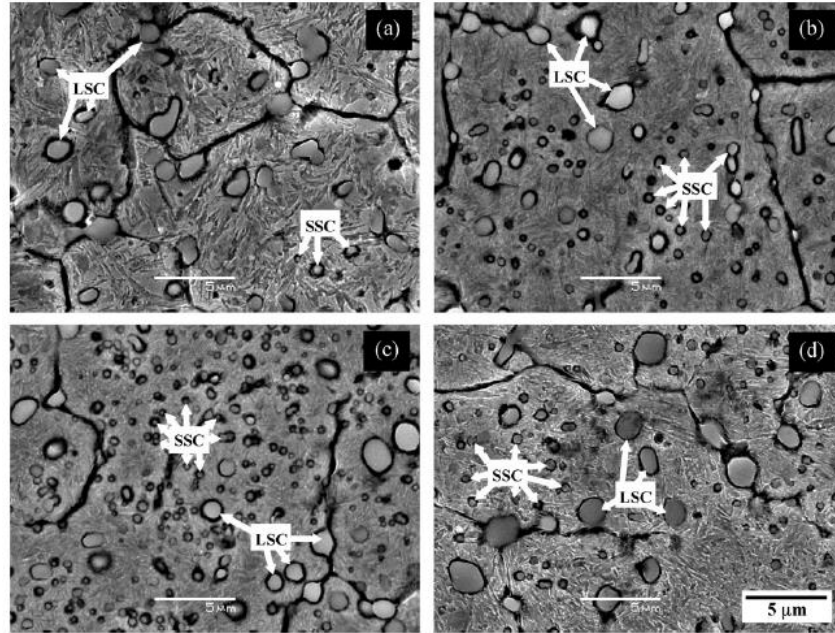
Şekil 1'de dikkat çeken bir diğer unsur ise numune sıcaklığını oda sıcaklığından kriyojenik sıcaklıklara düşürmek ve kriyojenik sıcaklıklardan oda sıcaklığına yükseltmek için belirli bir soğutma ve ısıtma hızının uygulanmasıdır. Bilindiği üzere ani soğutma veya ısıtma malzemenin ısıl şoklara maruz kalmasını sağlayarak malzeme üzerinden mikro çatlaklara neden olabilecektir. Bundan dolayı araştırmacılar 1,5 °C/dakika [13] ve 1,8 °C/dakika [14] gibi ısıtma ve soğutma hızları kullanarak bu tür olumsuzlukların önüne geçmişlerdir. Kriyojenik işlem, düşük sıcaklıkların etkisini belirlemek üzere sığ (<-125 °C) ve derin kriyojenik işlem (>-125 °C) olarak iki farklı şekilde bu çeliklere uygulanmış ve derin kriyojenik işlemin daha fazla östeniti martenzite dönüştürmesi ve mikroyapıda daha homojen karbür dağılımı sağlamasından dolayı AISI D6 takım çeliğinin sertliğini ve aşınma direncini sığ kriyojenik işleme göre daha fazla iyileştirdiği tespit edilmiştir [15]. Tablo 1'de görüldüğü gibi sığ kriyojenik işlem (SCT-Shallow Cryogenic Treatment) sonrası en düşük kalıntı östenit miktarı %4,7 iken derin kriyojenik işlem (DCT-Deep Cryogenic Treatment) sonrası mikroyapıdaki kalıntı östenit tamamen martenzite

dönüştürmüştür. Literatürde bu çalışmadan farklı olarak kriyojenik işlemin kalıntı östenit miktarını azalttığını fakat tamamen ortadan kaldırmadığına dair bilgiler de yer almaktadır [10,16].

Tablo 1. Sığ ve derin kriyojenik işlem sonrası kalıntı östenit miktarları [17].

Sıra	Kalıntı östenit yüzdesi (%)
SHT	12.4
SCT20	8
SSCT20	5.3
SCT40	6.5
SSCT40	4.7
DCT	Görülmedi
SDCT	Görülmedi

Takım çeliklerinde ayrıca kriyojenik sıcaklıklarda bekletme sürelerinin etkisi çalışılmış olup bu kapsamda 30 dakikadan [18] 132 saate [19] kadar takım çelikleri kriyojenik sıcaklıklarda bekletilmiş ve takım çelikleri için optimal bekletme süresi tespit edilmiştir. Yapılan çalışmalar sonucu takım çelikleri için kriyojenik sıcaklıklarda optimal bekletme süresinin 36 saat olduğuna dair önemli bulgular elde edilmiştir. Şekil 2'deki AISI D2 soğuk iş takım çeliğinin farklı mikroyapı görüntüleri bu bulguları destekleyen kanıtlar olarak ileri sürülmüştür [20].



Şekil 2. Konvansiyonel ısı işlem ve kriyojenik işlemlerle numunelerin mikroyapı SEM fotoğrafları a) konvansiyonel ısı işlem uygulanmış, b) 12 saat kriyojenik ısı işlem uygulanmış, c) 36 saat kriyojenik ısı işlem uygulanmış ve d) 84 saat kriyojenik ısı işlem uygulanmış.

Çalışmada AISI D2 takım çeliğine konvansiyonel ısı işlem ve bu işlemin ardına 12, 36, 60 ve 84 saat olmak üzere kriyojenik işlem uygulanmıştır. Bu işlemlerden sonra çekilen mikroyapı

fotoğraflarında 36 saat kriyojenik işlem görmüş ve temperlemiş takım çeliği numunelerinde ikincil karbür çökelmelerinin (SSC-Small Sized Carbides) daha yoğun olduğu açık bir şekilde görülmektedir. Bu sonucu destekleyen soğuk iş takım çelikleri üzerine yapılan çalışmalara yine literatürde rastlamak mümkündür [19,21, 22].

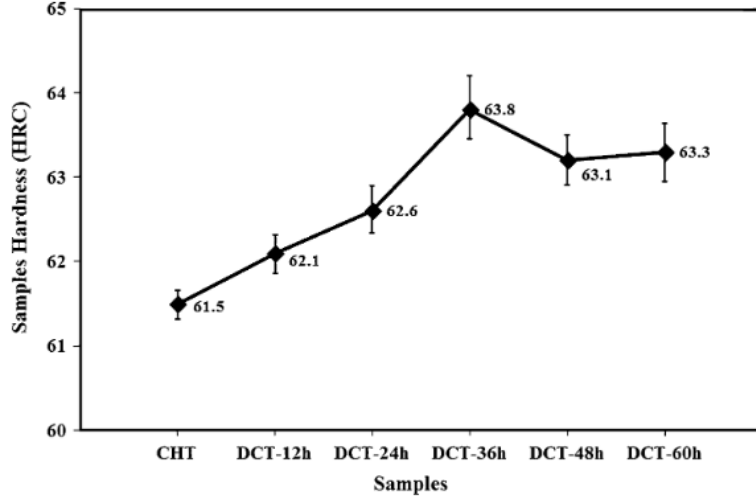
Sert karbür çökelmelerini açıklamak için literatürde iki farklı teoriye rastlamak mümkündür. Bunlardan birincisi derin kriyojenik işlem sırasında martensit matrisin daralması sonucu karbon atomlarının martensit matristen dislokasyon, ikizlenme ve diğer kusurlara sıçraması ve bu bölgelerde temperleme işlemi esnasında yeni karbür çekirdeklenme bölgelerini oluşturması şeklinde açıklanabilir. Ayrıca, bu durum martensitin kristal kafes yapısı olan hacim merkezli tetragonal yapının tetragonalitesinin (c/a oranı) azalmasına neden olarak malzemenin iç gerilmelerinde de azalma meydana gelmektedir[23]. İkinci teori ise, östenit ve martenzit yapılarındaki dislokasyon hareketleri nedeniyle dislokasyon boşluklarındaki kabür oluşumları şeklinde açıklanabilir. İç yapıdaki dislokasyon hareketliliği, östenitin martenzite dönüşümü ve bu faz dönüşümü sonucu oluşan hacim farkı nedeniyle meydana gelen lokal plastik deformasyon sonucu ortaya çıkmaktadır. Plastik deformasyon dislokasyonları hareket ettirmeye ve karbon atomlarını dislokasyon boşluklarında bir araya getirmeye zorlamaktadır. Dislokasyon boşluklarında biraraya gelen karbon atomları temperleme öncesi sert karbür yapıları için çekirdeklenme bölgeleri oluşturmaktadır [24]. Kriyojenik işlem ve temperleme sonrası çökelen ikincil karbürler nedeniyle takım çeliklerinin mikroyapısında daha homojen bir karbür dağılımı sağlanabilmektedir [25].

### 3. Kriyojenik işlemin takım çeliklerinin mekanik özelliklerine etkisi

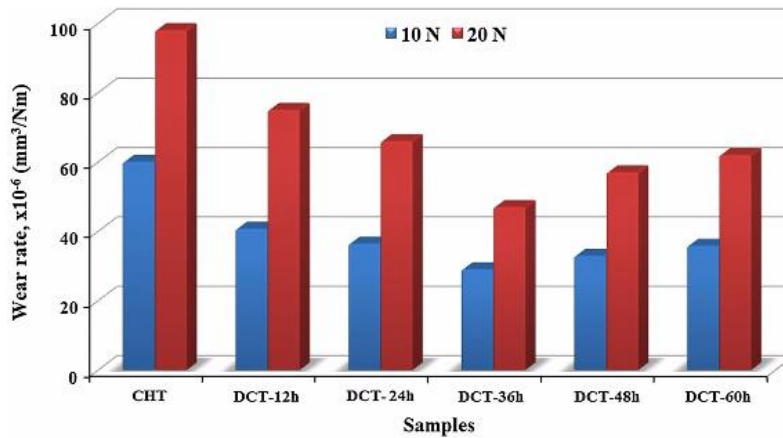
Kriyojenik işlem sonrası iyileşen malzemenin mekanik özelliklerinden birisi de sertliktir. Sertlik malzemenin lokal plastik şekil değiştirmeye gösterdiği direnç olarak tanımlanmakla beraber malzemenin abrasif aşınma direncinde önemli rol oynamaktadır. Bir önceki bölümde bahsedildiği gibi kriyojenik işlem sonrası takım çeliklerindeki östenit martenzit dönüşümü, ikinci karbür çökmesi ve mikroyapıdaki homojen karbür dağılımı nedeniyle takım çeliklerinin sertliği artmaktadır[11,17,26,27,28,29]. AISI H13 takım çeliğine 8 saat süre ile sırasıyla -72 °C ve -196 °C uygulanan kriyojenik işlem sonucunda kalıcı östenitin %8.1'den %7.4 ve % 4.5'e düştüğü, sertliğinde 49 HRC'den 51 HRC ve 55 HRC'ye çıktığı belirlenmiştir [26]. Bu takım çeliğinde kriyojenik işlem ile birlikte sertlikte bir artış meydana gelmiştir. Bu çalışmadan çıkarılacak diğer bir sonuç ise derin kriyojenik işlem ile daha fazla hacimde kalıntı östenit martenzite dönüşmüş ve bundan dolayı sertlikte daha fazla bir artış meydana gelmiştir. AISI D6 takım çeliği için kriyojenik işlem ve temperleme öncesi ve sonrası sertlik ölçümleri yapılmış ve temperleme işleminin malzeme sertliğini sıcaklığa bağlı olarak azalttığı kanaatine varılmıştır[17]. Literatürdeki diğer kaynaklar incelendiğinde de farklı parametrelerdeki kriyojenik işlemin sertlikte AISI M2 [30] yüksek hız çeliğinde %5,26, AISI M2 ve AISI T1 [31] yüksek hız çeliğinde %2,6 ve %2,8, AISI H13 [32,33] takım çeliğinde %6,9 oranında sertlik değerini artırmıştır.

Kriyojenik işlem ile birlikte AISI D2 takım çeliğinin derin kriyojenik işleminde sertlik artışı yaklaşık % 6,6 civarında olduğu ve sertlik artışına binaen takım çeliğinin aşınma direncinde

%88'e kadar artışlar meydana gelmiştir[27]. Aşınma direncindeki artışlar yüksek hız çeliklerinde %218'e kadar çıkabilmektedir ve özellikle yüksek hız çeliklerinin kesici takım olarak kullanıldığı uygulamalarda kriyojenik işlemin yüksek kesme hızlarında daha etkili sonuçlar verdiği belirtilmektedir [34]. Yine bekletme sürelerinin AISI 52100 takım çeliğinin sertliğine ve aşınma hızına etkisine bakıldığında 36 süre ile uygulanan derin kriyojenik işlem ile maksimum sertliğe ve minimum aşınma hızına ulaşıldığını Şekil 3 ve 4'ten görülebilmektedir. Bu çalışma ile takım çeliklerinde optimal bekletme süresinin 36 saat olduğu bir kez daha teyit edilmiştir.



Şekil 3. Farklı bekletme sürelerinde kriyojenik işlem uygulanmış AISI 52100 takım çeliğinin sertlik değerleri



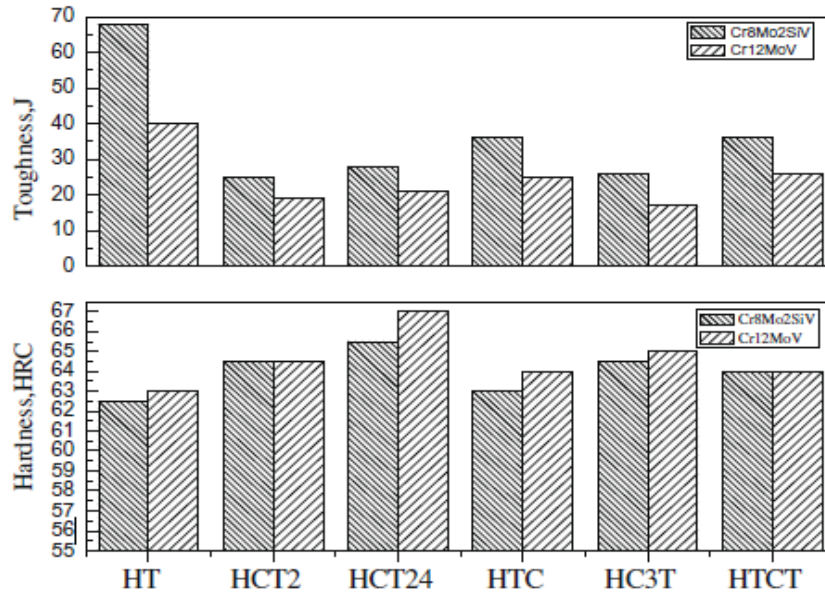
Şekil 4. Farklı bekletme sürelerinde kriyojenik işlem uygulanmış AISI 52100 takım çeliğinin aşınma hızı değerleri [35]

Kriyojenik işlemin kalıntı gerilmeler üzerine etkisi incelendiğinde, önceki bölümde bahsedildiği gibi kriyojenik sıcaklıkların etkisiyle martenzit kafes yapısının daralması ve bu daralma nedeniyle kafes yapısından karbon atomlarının dislokasyon, ikizlenme ve diğer kusurlara sıçraması ve martenzit kafesin c/a oranının azalması ile iç gerilmelerde azalma olmaktadır. Nitekim EN 353 çeliğine uyulanan sığ ve derin kriyojenik işlem ile numune yüzeyindeki basma gerilmelerinde azalma oluğu rapor edilmiştir[36].

Tokluk üzerine yapılan çalışmalara bakıldığında genellikle artan sertlikle birlikte malzemelerin tokluk değerlerinin düştüğü yönünde bir eğilim olmakla beraber [37,38,39] artan sertliğe rağmen toklukta bir değişim olmadığına hatta tokluk değerlerinde iyileşme olduğuna dair çalışmalar da bulunmaktadır [40]. Artan tokluk değerlerinin nedenini karbür çökeltmeleri esnasında martenzit kafesteki tetragonalitenin azalmasını göstermek mümkündür. Yapılan bir çalışmada, Cr8Mo2SiV soğuk iş takım çeliği için kriyojenik işlem uygulamaları Tablo 2’de gösterilmiştir.

**Table 2.** Soğuk iş takım çeliği (Cr8Mo2SiV) için ısıtılma şartları

Numaralandırma	İşlem Detayları
HT	Sertleştirme&Temperleme (2 Kez)
HCT2	Sertleştirme&DCT(2h)&Temperleme (2 Kez)
HCT24	Sertleştirme&DCT(24h)&Temperleme (2 Kez)
HTC	Sertleştirme&Temperleme&DCT(24h) (2 Kez)
HC3T	Sertleştirme&DCT(3 Kez, 1h)&Temperleme (2 Kez)
HTCT	Sertleştirme& Temperleme (1 Kez)&DCT(24h)&Temperleme (1 Kez)



Şekil 5. Farklı ısıtılma kombinasyonlarının soğuk iş takım çeliğinin sertlik ve tokluğuna etkisi

Bu kriyojenik işlem uygulamalarına göre sertlik ve tokluktaki değişimlerinde Şekil 5'te verilmiştir[39]. Bu şekil incelendiğinde, kriyojenik işlem uygulamasının soğuk iş takım çeliğinin sertliğini artırmakla beraber tokluğunda azalmaya neden olduğunu söylemek mümkündür.

#### 4. Sonuç

Kriyojenik işlem konvansiyonel ısı işleme tamamlayıcı bir işlem olarak takım çeliklerine uygulanmakta olup bu çeliklerin mekanik özellikleri üzerinde pozitif etkilere sahiptir. Literatür çalışmaları üzerinde bir değerlendirme yapılacak olursa, kriyojenik işlem çalışmaları genellikle takım çeliklerinin aşınma direncini artırma üzerine yoğunlaşmıştır. Bu amaç için farklı sıfır altı sıcaklıklar denenmiş ve derin kriyojenik işlemin daha fazla östeniti martenzite dönüştürmesi ve daha fazla karbür çökmesi sağlaması nedeniyle takım çeliklerinin aşınma direnci üzerine daha fazla katkıda bulunduğu tespit edilmiştir. Ayrıca, aynı nedenlerle, kriyojenik sıcaklıklarda 36 saat bekletme süresi de takım çelikleri için optimal bekletme süresi olarak tespit edilmiştir. Kriyojenik işlemin tokluk ve kalıntı gerilmeler üzerine olumlu etkiler olduğuna dair çalışmalar olsa da bunun aksini ifade eden çalışmaları da literatürde bulmak mümkündür.

#### Kaynaklar

1. McClintock, PVE, Cryogenics, Reference Module in Chemistry, Molecular Sciences and Chemical Engineering, 2013
2. Wang, ZY. and Rajurkar, KP., Cryogenic machining of hard-to-cut materials, *Wear*, 239 (2), 168–175, 2000.
3. Podgornik, B., Paulin, I., Zajec, B., Jacobson, S., Leskovšek, V., Deep cryogenic treatment of tool steels, *Journal of Materials Processing Technology*, 229, 398–406, 2016
4. Liu, H., Wang, J., Yang, H., Shen, B., Effects of cryogenic treatment on microstructure and abrasion resistance of CrMnB high-chromium cast iron subjected to sub-critical treatment, *Materials Science and Engineering: A*, 478 (1–2), 324–328, 2008.
5. Gao, Y., Luo, BH., Bai, ZH., Zhu, B., Ouyang, S., Effects of deep cryogenic treatment on the microstructure and properties of WC-Fe-Ni cemented carbides, *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials*, 58, 42–50, 2016
6. Senthilkumar, D., Rajendran, I., Influence of shallow and deep cryogenic treatment on tribological behavior of En 19 steel, *Journal of Iron and Steel Research, International*, 18 (9), 53–59, 2011
7. Firouzdar, V., Nejati, E., Khomamizadeh, F., Effect of deep cryogenic treatment on wear resistance and tool life of M2 HSS drill, *Journal of Materials Processing Technology*, 206, 467–472, 2008
8. Dhokey, N.B., Nirbhavne, S., Dry sliding wear of cryotreated multiple tempered D-3 tool steel, *Journal of Materials Processing Technology*, 209, 1484–1490, 2009
9. Naravade RH., Belkar SB., Kharde, RR., Effects of cryogenic treatment, hardening and multiple tempering on wear behavior of D6 tool steel, *The International Journal Of Engineering And Science*, 2(5), 1–15, 2013
10. Leskovšek, V., Kalin, M., Vižintin, J., Influence of deep-cryogenic treatment on wear



resistance of vacuum heat-treated HSS, *Vacuum*, 80, 507-518, 2006

11. Baldissera, P., Delprete, C., Deep Cryogenic Treatment: A Bibliographic Review, *The Open Mechanical Engineering Journal*, 2, pp 1-11 2008.
12. Lal D.M, Renganarayanan S.,Kalanidhi A., “Cryogenic treatment to augment wear resistance of tool and die steels”, *Cryogenics*, vol. 41, pp. 149-155, 2001.
13. Çicek, A., Kivak, T., Uygur, İ., Turgut, Y., Performance of cryogenically treated M35 HSS drills in drilling of austenitic stainless steels, *International Journal of Advanced Manufacturing Technology* 60, 65-73, 2012.
14. Zhirafar, S., Rezaeian, A., Pugh, M., Effect of cryogenic treatment on the mechanical properties of 4340 steel. *Journal of Materials Processing Technology*, 186, 298–303, 2007.
15. Baron, R.F., Cryogenic treatment of metals to improve wear resistance, *Cryogenics*, Vol. 22, pp. 409-413, 1982] [Koneshlou M., Asl K.M., Khomamizadeh F., Effect of cryogenic treatment on microstructure, mechanical and wear behaviors of AISI H13 hot work tool steel, *Cryogenics*, vol 51, pp. 55–61, 2011
16. Güneş, İ., Uzun, M., Çetin, A., Aslantaş, K., Çiçek, A., Evaluation of wear performance of cryogenically treated Vanadis 4 Extra tool steel, *Kovove Materialy-Metallic Materials* 54 (3), 1-10, 2016
17. Akhbarizadeh, A., Shafyei, A., Golozar, M.A., Effects of cryogenic treatment on wear behavior of D6 tool steel, *Materials and Design*, 30, 3259–3264, 2009
18. Arslan, FK., Altinsoy, I., Hatman, A., Ipek, M., Zeytin, S., Bindal, C., Characterization of cryogenic heat treated Vanadis 4 PM cold work tool steel, *Vacuum*, 86 (4), 370–373, 2011
19. Das, D., Dutta, A.K., Ray, K.K., Optimization of the duration of cryogenic processing to maximize wear resistance of AISI D2 steel, *Cryogenics*, 49 (5), 176–184, 2009.
20. Das D., Dutta A.K., Ray K.K., Huang, S., Influence of varied cryotreatment on the wear behavior of AISI D2 steel, *Wear*, Vol. 266, pp. 297-309, 2009
21. Amini, K., Akhbarizadeh, A., Javadpour, S., Investigating the effect of holding duration on the microstructure of 1.2080 tool steel during the deep cryogenic heat treatment, *Vacuum*, 86, 1534-1540, 2012
22. Akhbarizadeh, A Amini, K., Javadpour, S., Effects of applying an external magnetic field during the deep cryogenic heat treatment on the corrosion resistance and wear behavior of 1.2080 tool steel, *Materials and Design*, 41, 114-123, 2012
23. Kalsi, NS., Sehgal, R., Sharma, VS., Cryogenic treatment of tool materials: A review, *Materials and Manufacturing Processes* 25, 1077-1100, (2010).
24. Tyshchenko, AI., Theisen, W., Oppenkowski, A., Siebert, S., Razumov, ON., Skoblik, AP., Sirosh, VA., Petrov, YN., Gavriljuk VG., Low-temperature martensitic transformation and deep cryogenic treatment of a tool steel, *Materials Science and Engineering: A* 527, 7027-7039, (2010).
25. Huang, JY, Zhu, YT, Liao, XZ, Beyerlein, IJ., Bourke, MA, Mitchell, TE., Microstructure of cryogenic treated M2 tool steel, *Materials Science and Engineering: A* 339 (1–2), 241–244, 2003.
26. Koneshlou M., Asl K.M., Khomamizadeh F., Effect of cryogenic treatment on microstructure, mechanical and wear behaviors of AISI H13 hot work tool steel, *Cryogenics*, vol 51, pp. 55–61, 2011.
27. Das D., Dutta A.K., Ray K.K., Huang, S., Correlation of microstructure with wear behaviour of deep cryogenically treated AISI D2 steel, *Wear*, Vol. 266, pp. 1371–1380, 2009

28. S. Harish, A. Bensely, D. Mohan Lal, A. Rajadurai, Gyöngyvér B. Lenkey, J. Mater. Proc. Technol. 209 3351-3357, (2009).
29. Çicek, A., Kara, F., Kıvık, T., Ekici, E., Uygur, İ., Effects of Deep Cryogenic Treatment on the Wear Resistance and Mechanical Properties of AISI H13 Hot-Work Tool Steel, Journal of Materials Engineering and Performanc, 24, pp 4431-4439, 2015.
30. V. Leskovek and B. Ule, "Influence of deep cryogenic treatment on microstructure, mechanical properties and dimensional changes of vacuum heat-treated high-speed steel", Heat Treat. Met., vol. 3, pp. 72-76, 2002.
31. D. Yun, L. Xiaoping and X. Hongshen, "Deep cryogenic treatment of high-speed steel and its mechanism", Heat Treat. Met., vol. 3, pp. 55-59, 1998.
32. A. Molinari, M. Pellizzari, S. Gialanella, G. Straffelini and K. H. Stiasny, "Effect of deep cryogenic treatment on the mechanical properties of tool steels", J. Mater. Process. Technol., vol. 118, pp. 350-355, 2001.
33. M. Pellizzari, A. Molinari, S. Gialanella and G. Straffelini, "Effetto del trattamento criogenico sulle proprietà microstrutturali dell'acciaio AISI H13", La Metallurgia Italiana, vol. 1, pp. 21-27, 2001.
34. Çiçek, A., Uygur, İ., Kıvık, T., Altan Özbek, N., Machinability of AISI 316 Austenitic Stainless Steel With Cryogenically Treated M35 High Speed Steel Twist Drills, Journal of Manufacturing Science and Engineering 134(6):061003-1-061003-6, 2012.
35. Güneş, İ., Çiçek, A., Aslantaş, K., Kara, F., Effect of Deep Cryogenic Treatment on Wear Resistance of AISI 52100 Bearing Steel, Transactions-Indian Institute of Metals, 67 (6), 909-917, 2014
36. Bensely, A., Venkatesh, S., Mohan Lal, D., Nagarajan G., Rajadurai A, Junik, K., Effect of cryogenic treatment on distribution of residual stress in case carburized En 353 steel, Materials Science and Engineering: A, 479 (1-2), 229-235, 2008
37. Li, S., Xie, Y., Wu, X., Hardness and toughness investigations of deep cryogenic treated cold work die steel, Cryogenics, 50 (2), 89-92, 2010.
38. Das, D., Sarkar R., Dutta A.K., Ray K.K., Influence of sub-zero treatments on fracture toughness of AISI D2 steel, Materials Science and Engineering A 528, 589-60, 2010.
39. Li, S., Xie, Y., Wu X., Hardness and toughness investigations of deep cryogenic treated cold work die steel, Cryogenics, pp 50, 89-92, 2010.
40. Kaushal, A., Rajput, RS., Vardhan, A., Effects of cryogenic treatment on tool steel AISI-D6, International Journal of Research in Engineering and Technology, 4 (3), 470-473, 2015.