'2000 춘계학술발표회 논문집
한국원자력학회

Nb 첨가 합금의 기계적 특성 및 Creep 특성에 관한 연구

Study on Mechanical and Creep Characteristics of Nb containing Zr Alloys

윤영균, 위명용, 이명호*, 정용환*

충북대학교
충북 청주시 개신동 산 48번지

* 한국원자력 연구소
대전광역시 유성구 덕진동 150

요 약

마지막 열처리에 대한 공정 최적화를 위해 M5형 (Zr-1Nb-0.2X; X = Mo, Cu) 합금과 ZIRLO형 (Zr-1Nb-1Sn-0.3Fe-0.1X ; X = Mo, Cu) 합금을 각기 450 700℃ 영역에서 열처리한 후 기계적 특성을 평가하였다. OM과 TEM을 통하여 미세조직을 관찰하였고, 인장시험과 Knoop 경도시험 및 크리프 시험을 통해 기계적 특성을 조사하였다. 인장시험 및 Knoop 경도시험 결과, 완전 재결정 전까지의 온도에서 열처리하면 열처리 온도증가에 따라 강도가 급격히 감소하였으나, 그 이후의 온도에서는 강도에 큰 변화가 없었다. 강도 증가 요인으로 고용강화, 석출강화, 결정립 미세화에 의한 강화효과가 나타났으며, 재결정 이후엔 제 2상에 의한 강화가 상당히 작용한 것으로 나타났다. 인장강도는 ZIRLO형 합금이 M5형 합금보다 높게 나타났으며, 각 합금계에서 Mo 첨가 합금이 Cu 첨가 합금보다 강도 증가 효과가 컸다. 또한 크리프 강도에 미치는 합금원소의 영향도 인장강도에 나타난 경향과 같은 결과를 보였다

Abstract

The mechanical properties of M5 type (Zr-1Nb-0.2X ; X = Mo, Cu) and ZIRLO type (Zr-1Nb-1Sn-0.3Fe-0.1X ; X = Mo, Cu) alloys were evaluated for the optimization of final annealing process of these alloys at the annealing temperature regime of 450 700℃. The microstructure was observed by OM and TEM. The mechanical properties were investigated by the tensile, Knoop hardness and creep test. The test results of tension and hardness showed that the mechanical strength decreased rapidly with annealing temperature, but the strength remained constant above the fully recrystallization temperature. The strength of alloys would be due to the mechanism of solid solution, precipitation, and grain size. The appearance of second phase may be played a major role in the strengthening of the alloys when these were annealed at above the recrystallization temperature. Tensile strength of ZIRLO type alloys was higher than that of M5 type alloys. The addition of Mo was more effective in strengthening than that of Cu. The effect of alloying element on creep strength showed similar trend with that of tensile strength.

1. 서 론

Zr합금은 낮은 중성자 흡수성과 우수한 내식성 및 기계적 특성을 갖고 있기 때문에 원자력 발전소의 노심재료로 사용되고 있다. 1960년대에 미국에서는 Zircaloy-4가 개발되어 서구권의 경수로에, 러시아에서는 Zr-1Nb합금이 개발되어 동구권의 원자로에서 핵연료 피복관 재료로 사용되고 있다. 그러나, 핵연료의 연소조건이 고연소도, 고pH 및 장주기 운전으로 발전하고 있는 현상황에서 Zircaloy합금은 더 이상 피복관 재료로 사용하기에는 한계가 있다. 그러므로, 원전 선진국을 중심으로 Zircaloy보다 성능이 우수한 신합금을 개발하려는 연구가 집중적으로 이루어지고 있으며, ZIRLO(Zr-1Nb-1Sn-0.1Fe), M5(Zr-1Nb-0.12O)등과 같은 신합금들이 개발되어 현재 노·내외 시험중에 있다[9]. 따라서, 본 연구에서는 ZIRLO형(Zr-1Nb-1Sn-0.3Fe-0.1X;X=Mo, Cu)과 M5형(Zr-1Nb-0.2X;X=Mo, Cu)합금의 기계적 특성 및 Creep특성에 미치는 마지막 열처리 온도와 합금원소(Mo, Cu)의 영향을 알아 보고자 하였다.

일반적으로, Mo은 재결정과 회복을 지연시키고, 고용강화 및 석출물 강화체로 잘 알려져 있으며, 또한 입자 미세화에 상당한 기여를 한다고 알려져 있다[1]. 그러나, Mo이 Zr합금에 첨가될 때 기계적 특성 및 Creep특성에 미치는 연구는 현재 체계적으로 연구된 바가 없으며, Cu에 대한 연구는 거의 전무하다 할 수 있다. 또한 마지막 열처리 온도에 따른 상변화 거동, 기계적 특성 및 Creep특성에 미치는 영향에 대한 연구도 체계적으로 연구된 바가 없다. 따라서, 본 연구에서는 마지막 열처리 온도와 Mo, Cu가 Zr합금의 기계적 특성 및 Creep특성에 미치는 영향에 대해 체계적인 연구를 수행함으로써 합금설계자료를 구축하고, 미세조직을 금속학적인 관점에서 고찰하고자 하였다.

2. 실험방법

본 시험에서는 Nb 첨가 합금인 M5형과 ZIRLO형 Zr 합금의 기계적 특성 및 Creep 특성에 미치는 마지막 열처리 온도와 Mo, Cu의 영향을 체계적으로 평가하기 위하여 Zr-1Nb 합금과 Zr-1Nb-1Sn-0.3Fe 합금에 Mo, Cu를 각각 0.2, 0.1Wt% 첨가한 6종의 합금을 VAR(Vaccum Arc Remelting)방법을 이용하여 400g의 button형태로 용해하였다. 진공 아크 용해로에서 제조된 button형 ingot내의 합금조성을 균질화하기 위해서 β영역의 온도인 1020℃에서 30분동안 용체화처리를 하고 수냉하였다. β열처리된 시편은 590℃에서 30분 정도 유지한 후에 60%의 압하율로 열간 압연하였다. 열간 압연 후 고진공 열처리로에서 590℃에서 3시간동안 열처리를 실시하였으며, 70ton의 압연기를 사용하여 압하율 30%로 1차 냉간가공, 압하율 40%로 2차 냉간가공을 수행하였다. 1차 냉간가공된 시편은 재결정을 위해 고진공 열처리로를 이용하여 590℃에서 3시간 동안 열처리를 하였으며, 2차 냉간가공된 시편도 590℃에서 3시간 동안 열처리를 실시 하였다. 마지막 냉간가공은 압하율 57%로 수행하였으며, 시편에 발생된 잔류 응력을 제거하고, 마지막 열처리 효과를 보기 위하여 450℃, 500℃, 600℃, 700℃에서 각각 3시간 동안 최종 열처리를 수행하였다. 이와 같은 과정을 거쳐 제조된 시편에 대하여 미세 조직 관찰, 인장 시험, 경도 시험 및 Creep 시험을 수행하였다. 광학현미경(Optical Microscope, OM)과 투과전자현미경(Transmission Electron Microscope, TEM)을 사용하여 미세 조직을 관찰하였다. 광학현미경으로 미세 조직을 관찰하기 위하여 압연판재의 길이방향으로 시편을 채취한 후 Hot Mounting하여 기계적인 연마 후 물: 질산: 황산: 불산을 각각 30㎖: 30㎖: 30㎖: 10㎖로 혼합한 용액을 사용하여 약 3초간 부식시켜 초음파 세척 후 관찰하였다. 투과전자현미경 관찰용 시편은 약 70㎛두께까지 기계적으로 연마한 후 과염소산(Perchloric Acid) 10%와 메탄올(Methyl Alcohol) 90%를 혼합한 용액을 사용하여 -35℃, 인가전압 20V하에서 전해연마(Jet Thinning)한 후 관찰하였다.

인장 시험용 시편은 ASTM E8 규격으로 제작하였으며, INSTRON-4505(10ton) 인장 시험기를 이

용하여 상온과 400℃의 고온에서 시험을 수행하였다. 인장 시험용 시편은 압연방향과 같은 방향에서 채취하였으며, 시험 조건은 ASTM B352-85에 준하여 Cross head speed를 항복점까지는 0.125㎜/min로, 항복점 이후부터는 1.25㎜/min로 하였다. 경도 시편은 광학현미경 관찰용 시편과 동일하게 제작되었으며, Knoop 경도기로 50회씩 측정하여 평균값을 경도 값으로 취하였다. Creep 시험은 Constant Loding Type Creep Tester로 400℃, 150MPa의 일정하중 조건에서 240시간동안 시험을 수행하였다. Creep 시편은 인장 시편과 동일하게 압연방향과 같은 방향에서 채취하였다.

3. 연구결과 및 고찰

3-1. 미세조직 특성

Fig.1(a)는 M5형 합금을 450℃, 500℃, 600℃, 700℃에서 마지막 열처리 한 후의 광학 현미경 조직사진을 보여주고 있다. M5형 합금 3종류의 시편 모두 450℃에서 열처리를 수행한 결과 가공조직을 나타내고 있으며, 500℃에서 가공조직과 재결정 조직이 혼재된 부분 재결정 조직을 보여주고 있으며, 600℃에서는 3종류의 합금 모두 재결정 조직을 갖고 있음을 알 수 있었다. 또한 700℃에서 마지막 열처리한 3종류의 시편에서 제 2상이 형성되었음을 알 수 있었으며, Mo, Cu를 첨가한 합금의 결정립이 첨가하지 않은 합금보다 더 미세하였으며, Cu에 비해 Mo을 첨가했을 경우에 이러한 경향은 더욱 뚜렷하게 보였다.

Fig.1(b)는 ZIRLO형 합금을 450℃, 500℃, 600℃, 700℃에서 마지막 열처리 한후의 광학 현미경 조직사진을 보여주고 있다. M5형 합금과 마찬가지로 ZIRLO형 합금 모두 450℃에서 가공조직을 보여주고 있으며, 500℃에서 부분 재결정 조직을 보여주고 있으나, M5형 합금에 비해 재결정 정도가 훨씬 적었다. 600℃에서 ZIRLO형 합금 모두 재결정 조직을 보여주고 있으나, M5형 합금에 비해 결정립이 더 미세함을 알 수 있었으며, 700℃에서 마지막 열처리한 3종류의 시편에서 제2상이 형성되었음을 알 수 있었다.

Fig.2(a)는 M5형 합금을 450℃, 500℃, 600℃, 700℃에서 마지막 열처리 한후의 투과전자현미경 조직사진을 보여주고 있다. Mo, Cu를 첨가한 합금이 그렇지 않은 합금에 비해 전위 및 석출물이 많이 분포되어 있었으며, 특히 Mo첨가 합금이 Cu첨가 합금에 비해 전위 및 석출물이 다량으로 분포되어 있음을 알 수 있었다. 또한 500℃에서 마지막 열처리한 시편의 경우 광학조직사진에서 본 바와 같이 가공조직과 재결정 조직이 혼재되어 있음을 알 수 있었다. 또한 Mo, Cu첨가 합금의 경우가 첨가하지 않은 합금에 비해 가공조직이 훨씬 더많이 산재되어 있음을 알 수 있으며, Cu첨가 합금에 비해 Mo첨가 합금의 경우에 이러한 경향은 더욱 뚜렷하였다. 이는 Mo이 재결정을 지연시키며, 석출물 형성을 촉진시켜, 석출물들이 결정립이 성장하는 것을 억제하기 때문으로, 알려진 바와 잘 일치하고 있다[8]. 일반적으로 Mo의 고용도는 약 0.18Wt%, Cu의 고용도는 0.13Wt%, Nb과 Sn의 고용도는 각각 0.5Wt%, 1.5Wt%로 알려져 있다[2 4].

Fig.2(b)는 ZIRLO형 합금을 450, 500, 600 및 700℃에서 마지막 열처리 한후의 투과전자현미경 조직사진을 보여주고 있다. 전반적으로 M5형 합금과 유사하나, M5형 합금에 비해 전위 및 석출물이 많이 분포되어 있음을 알 수 있으며, 500℃에서 마지막 열처리한 시편의 경우 M5형 합금에 비해 재결정 정도가 훨씬 적음을 알 수 있었다.

3-2. 인장특성

Fig.3은 M5형과 ZIRLO형 합금의 마지막 열처리 온도에 따른 상온 인장강도를 보여주고 있으며 실측된 값은 Table 1에 나타내었다. 그림에서 보는 바와 같이 두 합금형 모두 재결정까지는 강도값이 급격히 감소하다가 그 이후엔 강도값에 거의 변화가 없음을 알 수 있었다. 또한 M5형 합금에 비해 ZIRLO합금이, Mo첨가 합금이 Cu첨가 합금에 비해 강도값이 더 큼을 알 수 있었다. 가공조직이 재결정 조직에 비해 강도값이 높은 것은 가공조직내에 산재되어 있는 다수의 전위와 결정립 크기의 차이에 기인한 것으로 생각되며, M5형 합금에 비해 ZIRLO형 합금의 인장강도가 높은 것은 결정립 미세화에 의한 강화, 고용강화 및 다수의 석출물 때문임을 알 수 있었다[2, 3]. 또한 재결정시 결정립이 미세할수록 강도값은 높아지는데, M5형 합금에 비해 ZIRLO형 합금이, Cu첨가 합금에 비해 Mo첨가 합금의 인장강도가 높게 나온 것은 광학현미경 및 투과전자현미경상에서 관찰한 바와 잘 일치한다. 또한 700℃에서 마지막 열처리한 시편의 경우 강도값에 거의 변화가 없음을 알 수 있었는데, 이는 결정립 조대화에 의한 강도 저하 현상과 제 2상의 형성으로 전위들의 이동이 제한을 받음으로 인해서 나타나는 강도 강화 현상이 서로 상충되는 현상으로 사료된다.[10]

Fig.4는 M5형 합금과 ZIRLO형 합금의 고온 인장강도를 보여주고 있으며 정확한 값은 Table 1에 나타내었다. 전반적인 강도변화 거동은 상온에서의 거동과 매우 유사하나 고온강도는 상온강도에 비해 상당히 낮은 강도값을 나타냄을 알 수 있고, 이는 400℃의 고온에서 열적인 여기에 의해 활성화 에너지(Activation Energy) 및 강성률 E(Young's Modulus)가 작아지며, 전위들의 움직임을 용이케 하기 때문이며, 상당수의 전위들이 소멸된 것으로 사료된다[5].

3-3. 경도특성

Fig.5는 M5형과 ZIRLO형 합금의 마지막 열처리 온도에 따른 Knoop 경도값을 보여주고 있으며 실측된 값은 Table 1에 나타내었다. 본 실험에 사용된 모든 합금에 대해서 전반적인 경도변화 거동은 상온인장 및 고온인장 강도 거동과 매우 유사함을 알 수 있었다.

3-4. Creep특성

Creep 시험에서 Creep 저항성을 평가하는 방법으로는 일반적으로 정상상태 Creep률(Steady State Creep Rate)을 나타내는데 Fig.6은 M5형 합금 및 ZIRLO형 합금의 정상상태 Creep률을 보여주고 있으며, Fig.7(a) (d)는 각각 M5형 합금 및 ZIRLO형 합금의 마지막 열처리 온도에 따른 Creep 곡선을 보여주고 있다. Creep 거동은 전위밀도 및 전위이동속도, 재결정 정도, 화학조성 등에 지배를 받는 것으로 알려져 있다[7]. 본 실험에서는 2차 영역(Steady State Region)에서의 Creep률을 구하였으며, 그 값은 Table 1에 나타내었다. 전반적인 Creep 거동은 인장강도 변화 거동과 마찬가지로 M5형 합금에 비해 ZIRLO형 합금이, Cu첨가 합금에 비해 Mo첨가 합금의 Creep 저항성이 우수함을 알 수 있었다. 이는 다수의 전위와 이들의 이동을 방해하는 석출물 및 고용체의 상관관계로 설명할 수 있는데, 투과전자현미경에서 살펴본 바에 의하면 M5형 합금에 비해 ZIRLO형 합금이, Cu첨가 합금에 비해 Mo첨가 합금이 전위와 석출물이 많았고 이는 본 실험의 결과와 잘 일치함을 알 수 있었다. 그러나 인장강도 변화 거동과는 달리 Cu첨가 합금의 경우 첨

가하지 않은 경우보다 Creep 저항성이 유사하거나 오히려 떨어지는 것이 관찰되었는데, 이는 Cu가 Zr에 첨가되면 Zr 모재의 확산속도를 증가시킨다는 보고[11]와 잘 일치한다. 또한 마지막 열처리 온도가 700℃인 경우의 합금에서 Creep 저항성이 가장 우수함을 알 수 있었는데, 이는 제 2상의 형성이 전위들의 이동을 어렵게 함으로써 Creep 저항성을 높이는 것으로 사료되나 이에 대해서는 추가적인 실험이 수반되어야겠다. 일반적으로 Zr합금의 경우 약 550℃ 이상의 온도에서 diffusional creep이 나타나며, 이때는 결정립이 큰 경우에 Creep 저항성이 우수하다고 알려져 있다[6]. 그 이하의 온도에서는 전위 상승 및 활주 기구로 Creep이 진행되며, 이때는 결정립 크기와는 무관하다.[6] 따라서 본 시험 조건에서의 Creep 저항성 증가는 고용체 및 석출물, 제 2상의 영향으로 평가할 수 있다.

4. 결론

Zr합금의 기계적 특성 및 Creep특성에 미치는 마지막 열처리 온도와 Mo, Cu의 영향을 조사하기 위하여, 미세조직 관찰, 인장 시험, 경도 시험 및 Creep 시험을 수행한 결과 다음과 같은 결론을 얻었다.

(1) 미세조직 관찰 결과 ZIRLO형 합금이 M5형 합금에 비해, Mo첨가 합금이 Cu첨가 합금에 비해 재결정이 지연되었으며, 재결정시 결정립이 더 미세하였다. 또한 석출물 및 전위의 밀도도 더 높게 관찰되었으며, 700℃에서 마지막 열처리한 모든 합금에서 제 2상이 관찰되었다.

(2) 첨가된 원소가 많을수록 재결정이 지연되며, 재결정시 결정립이 좀 더 미세해지며 전위 및 고용강화 효과가 두드러지게 나타났다.

(3) 인장 시험, 경도 시험 및 Creep 시험 결과, ZIRLO형 합금이 M5형 합금에 비해, Mo첨가 합금이 Cu첨가 합금에 비해 인장강도, 경도값 및 Creep 저항성이 좋았다. 또한 재결정까지는 강도값이 급격히 떨어지나 그 이후엔 제 2상의 영향으로 강도값이 유지되거나 약간 상승하였다. 특히 Creep 저항성은 제 2상이 형성된 700℃에서 마지막 열처리한 시편의 경우 상당히 우수하였다.

(4) 인장강도 및 Creep 강도는 합금원소 첨가에의한 고용강화와 석출강화 및 제 2상에 의한 강화에 기인하며, 결정립 미세화에 의한 강화 효과는 인장강도 증가에 기여하는 것으로 나타났다.

감사의 글

본 연구는 과학기술부의 원자력 연구 개발사업중 지르코늄 신합금 핵연료피복관 개발과제의 일환으로 수행되었습니다.

참 고 문 헌

1. B.L. Adams, D.L. Baly and K.L Murty, Scipta Met. 12, 1151(1978)
2. K.L. Murty, J. Ravi and Wiratmo., J. of Nucl. Mater. 21-33 (1993)
3. K. Linga Murty, J. Ravi Wiratmo., J. of Nucl. Mater. 359-371 (1995)
4. J.K Chakravartty, G.K. Dey, S. Banerjee., J. of Nucl. Mater. 247-255 (1995)
5. M. Pahutova, J. Cadek., J. of Nucl. Mater. 249-255 (1977)
6. D.B. Knorr and M.R. Notis., J. of Nucl. Mater. 56, 18 (1975)

7. S.L. Wadekar, S. banerjee, V.V. Raman., Correlation of Microstructure and Mechanical Properties of Zr-Sn Alloys. 140-155 (1991)
8. Y.B. Chun, S.K. Hwang., J. of Nucl. Mater. 265, 28-37 (1999)
9. **김경호**, **최병권**, **정용환**, **한국재료학회지**, **제**9**권 제**2**호** (1999)
10. K. Holm, J. D. Embury., Acta Metallurgica. Vol. 25 1191-2000 (1977)
11. M. Pahutova, K. Kucharova, J. Cadek ., J. of Nucl. Mater. 10-20 (1984)

Table 1. Summary of test results for M5 and ZIRLO type alloys in various test conditions

Chemical Composition	Final Annealing Temperature	U.T.S ;20℃ (Mpa)	U.T.S ;400℃ (Mpa)	Knoop Hardeness (H_K)	Steady State Creep Rate(%/s)
Zr-1Nb	450℃	535.6	342.4	175.0	15.78E-6
Zr-1Nb	500℃	493.9	288.4	161.6	22.77E-6
Zr-1Nb	600℃	394.7	208.7	129.6	142.3E-6
Zr-1Nb	700℃	401.2	211.1	132.8	0.811E-6
Zr-1Nb-0.2Mo	450℃	570.3	385.9	184.5	3.36E-6
Zr-1Nb-0.2Mo	500℃	525.1	328.4	174.2	8.863E-6
Zr-1Nb-0.2Mo	600℃	419.4	215.0	137.9	88.75E-6
Zr-1Nb-0.2Mo	700℃	425.2	227.0	139.8	0.744E-6
Zr-1Nb-0.2Cu	450℃	540.6	345.6	178.7	10.89E-6
Zr-1Nb-0.2Cu	500℃	499.4	289.7	163.5	14.6E-6
Zr-1Nb-0.2Cu	600℃	406.7	210.0	133.8	149.8E-6
Zr-1Nb-0.2Cu	700℃	412.1	218.3	134.3	1.38E-6
Zr-1Nb-1Sn-0.3Fe	450℃	624.3	414.6	199.6	1.536E-6
Zr-1Nb-1Sn-0.3Fe	500℃	590.7	390.0	190.6	1.555E-6
Zr-1Nb-1Sn-0.3Fe	600℃	446.5	245.6	143.0	5.241E-6
Zr-1Nb-1Sn-0.3Fe	700℃	445.0	243.2	145.6	1.470E-6
Zr-1Nb-1Sn-0.3Fe-0.1Mo	450℃	643.7	425.6	205.8	1.336E-6
Zr-1Nb-1Sn-0.3Fe-0.1Mo	500℃	598.6	401.4	192.8	1.414E-6
Zr-1Nb-1Sn-0.3Fe-0.1Mo	600℃	468.7	246.4	151.4	2.441E-6
Zr-1Nb-1Sn-0.3Fe-0.1Mo	700℃	470.5	250.8	154.0	1.28E-6
Zr-1Nb-1Sn-0.3Fe-0.1Cu	450℃	624.7	416.1	201.0	1.337E-6
Zr-1Nb-1Sn-0.3Fe-0.1Cu	500℃	592.5	387.4	188.9	1.428E-6
Zr-1Nb-1Sn-0.3Fe-0.1Cu	600℃	465.6	249.8	143.9	4.022E-6
Zr-1Nb-1Sn-0.3Fe-0.1Cu	700℃	464.0	250.2	147.8	1.325E-6

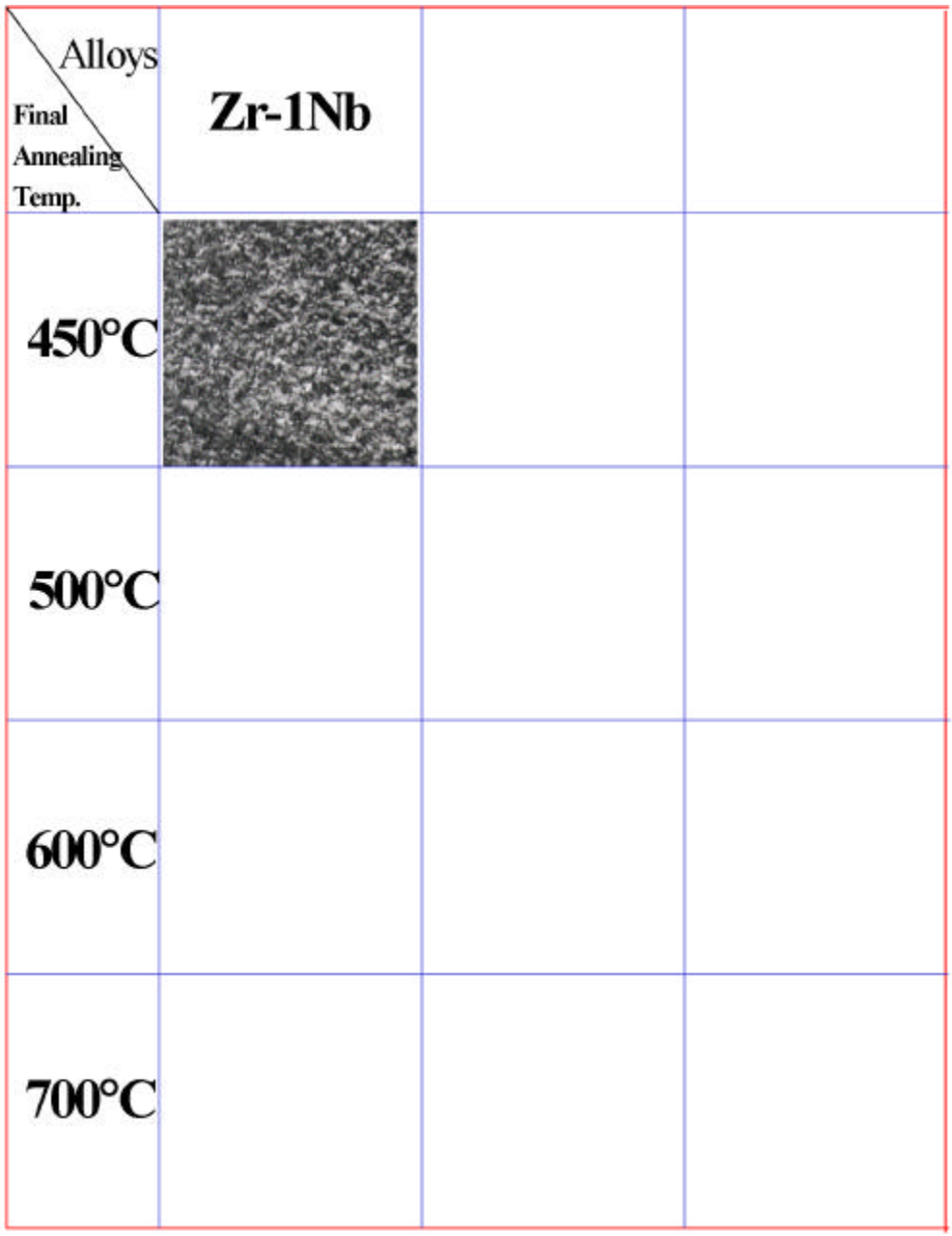


Fig.1(a). Optical Micrographs of M5 type alloys after final annealing at 450℃, 500℃, 600℃ and 700℃ for 3hr

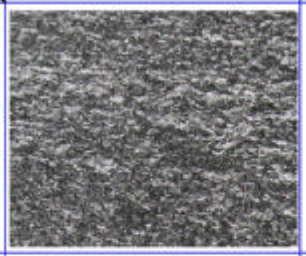
Alloys / Final Annealing Temp.	Zr-1Nb-1Sn -0.3Fe	Zr-1Nb-Sn -0.3Fe-0.1Mo	Zr-1Nb-1Sn -0.3Fe-0.1Cu
450°C			
500°C			
600°C			
700°C			

Fig.1(b). Optical Micrographs of ZIRLO type alloys after final annealing at 450℃, 500℃, 600℃ and 700℃ for 3hr

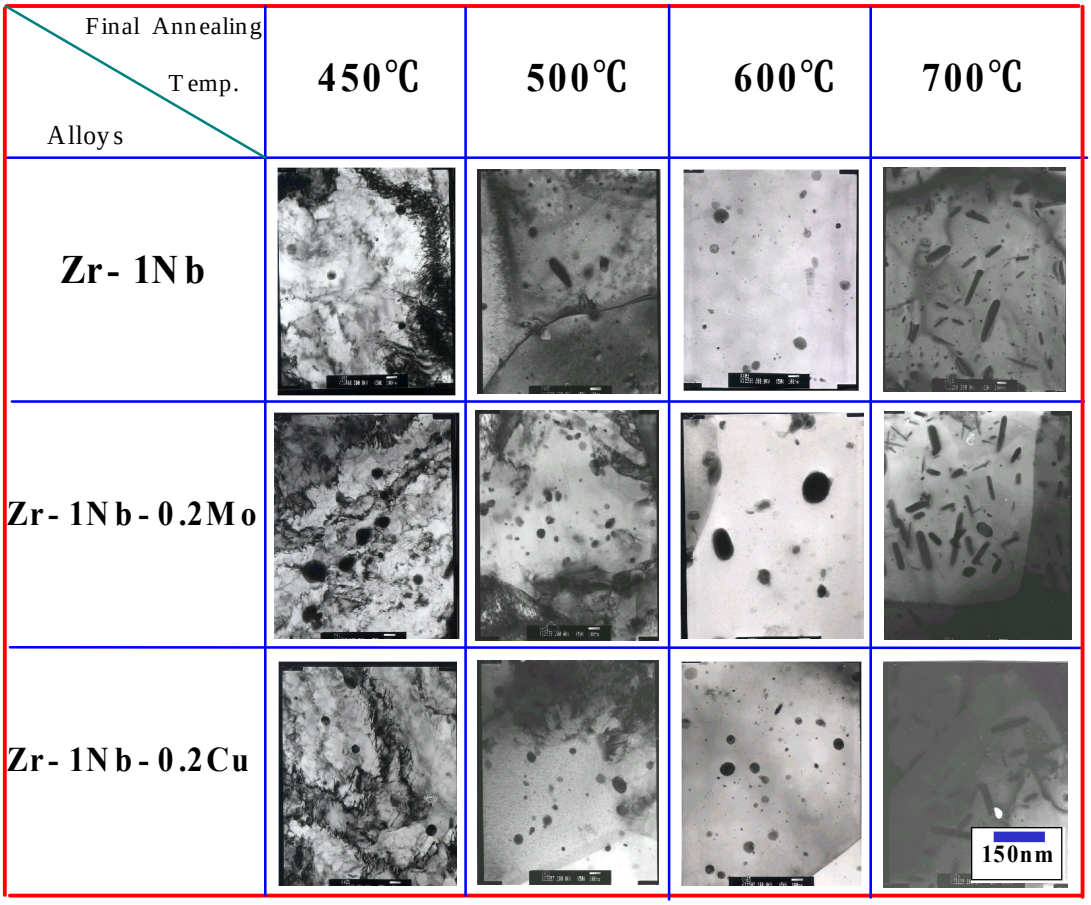


Fig. 2(a) TEM micrographs of M5 type alloys after final annealing at 450℃, 500℃, 600℃ and 700℃ for 3hr

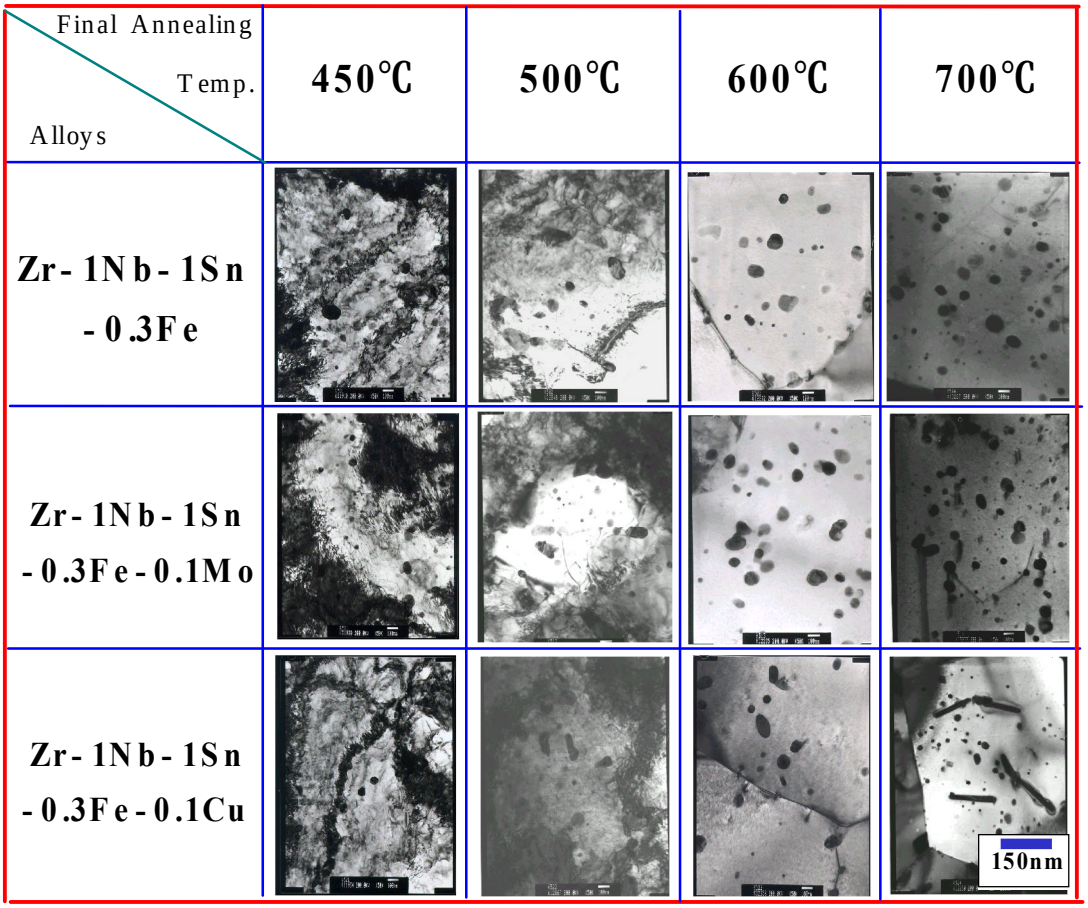


Fig. 2(b) TEM micrographs of ZIRLO type alloys after final annealing at 450℃, 500℃, 600℃ and 700℃ for 3hr

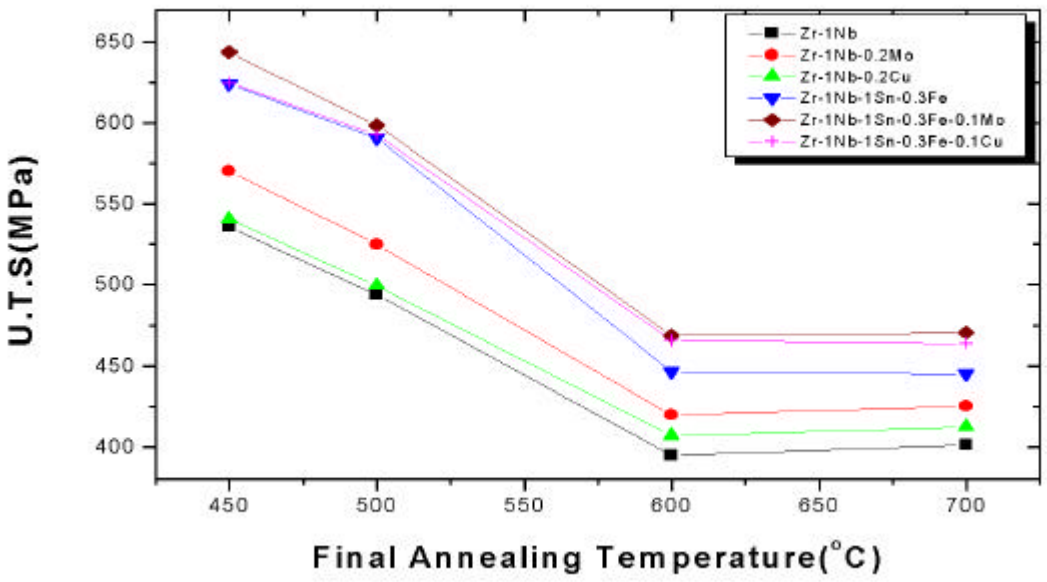


Fig.3. The effect of final annealing temperature on the tensile strength of M5 and ZIRLO type alloys tested at room temperature.

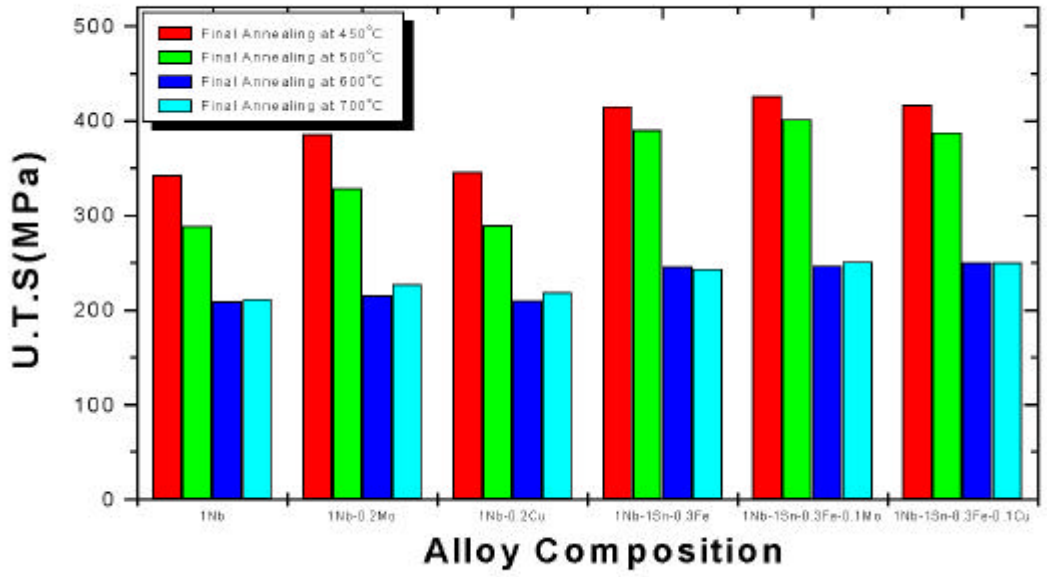


Fig.4. The effect of final annealing temperature on the tensile strength of M5 and ZIRLO type alloys tested at 400℃.

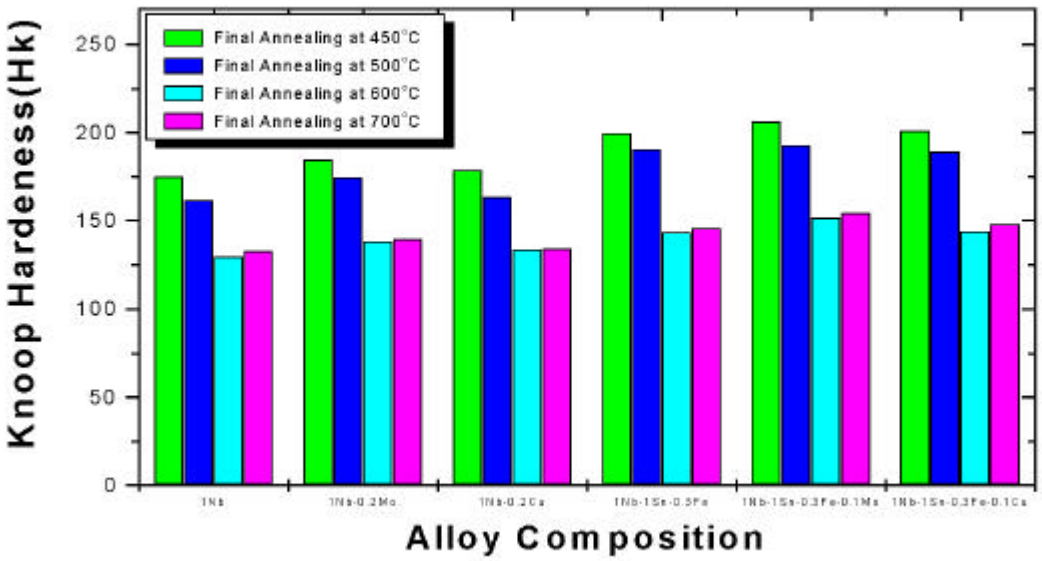


Fig.4. The effect of final annealing temperature on the Knoop hardeness of M5 and ZIRLO type alloys

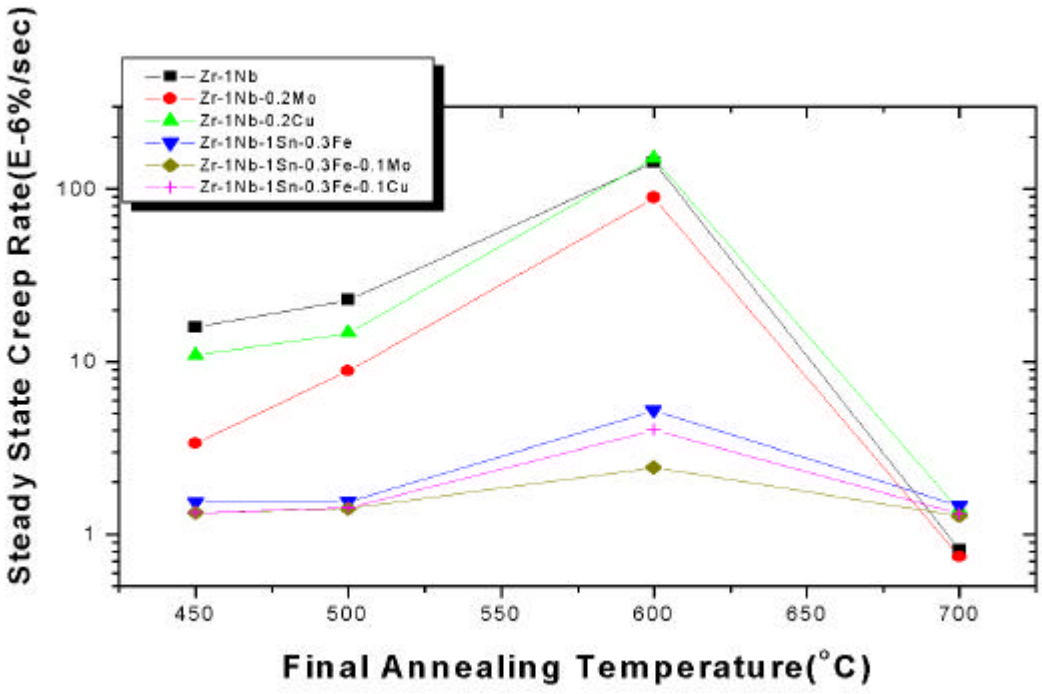


Fig.6. The steady state creep rate of M5 and ZIRLO type alloys depend on final annealing temperature.

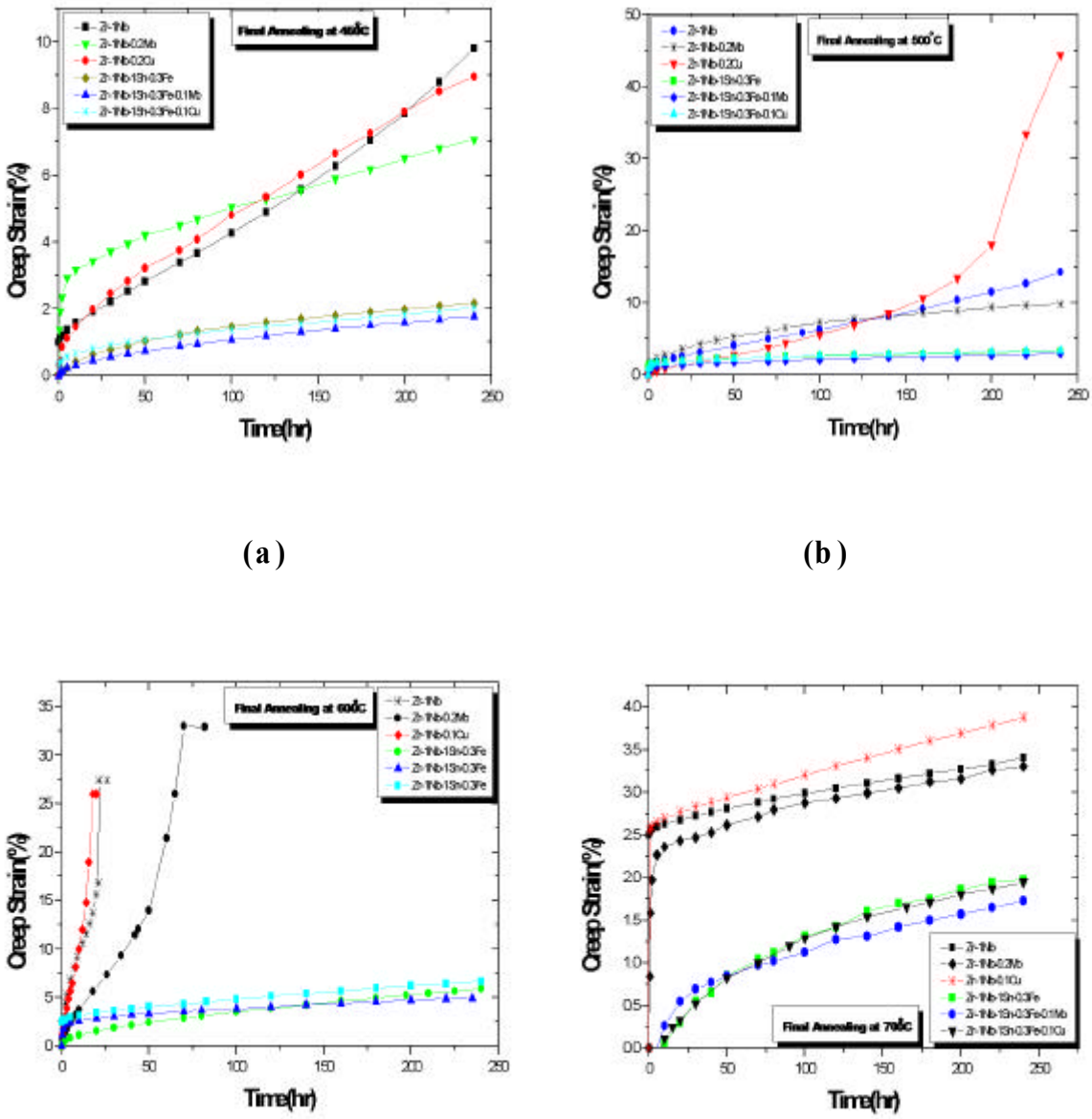


Fig.7. Creep curves of M5 and ZIRLO type alloys final-annealed at various temperature under test condition of 400℃ and 150Mpa

(a) Final annealing at 450℃ (b) Final annealing at 500℃

(c) Final annealing at 600℃ (d) Final annealing at 700℃