

Forskning

# Spricktillväxtmätning i tryckkärlsstål med mellanhög svavelhalt och kloridtransienter



Författare: Martin Bjurman, Studsvik Nuclear AB, Nyköping Rapport nummer: 2022:17 ISSN: 2000-0456 Tillgänglig på: www.ssm.se

#### SSM perspektiv

#### Bakgrund

De svenska kokvattenreaktorerna av internpumpstyp körs alla med normalvattenkemi. I laboratorieförsök har en tydlig känslighet för spänningskorrosion i låglegerat tryckkärlsstål vid normalvattenkemi och förhöjd svavelhalt i materialet eller sulfat/kloridkontamination i vattnet kunnat påvisas. På senare tid har studier visat på förhöjd känslighet för spänningskorrosion redan vid 3 ppb klorid, vilket föranlett sänkning av EPRIs BWR water chemistry guideline level 1 från 5 till 3 ppb klorid. Driftserfarenheterna från reaktordrift indikerar dock inte någon sådan tydlig känslighet för spänningskorrosion i tankstål. Vidare visade en litteraturgenomgång att spricktillväxtdata vid höga spänningsintensitetsfaktorer var få, speciellt för tryckkärlsstål med svavelhalter som är relevanta för svenska kokvattenreaktorer.

Syftet med projektet var att studera spänningskorrosionstillväxt i reaktortankstål med medelhög svavelhalt i kokvattenreaktormiljö med normalvattenkemi. Fokus lades på att studera effekten av olika halter klorider, samt kloridspikar vid höga spänningsintensitetsfaktorer (K inom intervallet 50-70 MPa√m).

#### Resultat

Materialet som användes vid provningen var ett tryckkärlsstål av typ ASTM 533 Gr. B Cl. 1 med 0,011 % Svavel, en för svenska förhållanden konservativt hög svavelhalt. Provningen genomfördes i simulerad kokvattenreaktormiljö med kloridhalter mellan 0 och 90 ppb. Utifrån resultaten kunde konstateras att materialet uppvisat ett högt motstånd mot spricktillväxt i såväl ren miljö som med kloridtransienter av anläggningsrelevant längd och att dynamisk last är den främsta drivkraften för spricktillväxt. Resultaten i studien stödjer slutsatserna i EPRIs guideline BWRVIP-233 rev.2 avseende tillräckliga marginaler i föreslagna tillväxtkurvor.

#### Relevans

Resultaten ger ökad insikt i spänningskorrosionskänsligheten hos låglegerat tryckkärlsstål där svavelhalten är relevant för svenska reaktorer. Provningen har genererat kunskap som är viktig vid framtida granskningar och bedömningar av påträffade defekter som är i kontakt eller som kan komma i kontakt med reaktortankstålet.

#### Projektinformation

Kontaktperson SSM: Elena Calota Referens: SSM2017-396 / 7030141-00



Författare: Martin Bjurman Studsvik Nuclear AB, Nyköping

## 2022:17 Spricktillväxtmätning i tryckkärlsstål med mellanhög svavelhalt och kloridtransienter

Denna rapport har tagits fram på uppdrag av Strålsäkerhetsmyndigheten, SSM. De slutsatser och synpunkter som presenteras i rapporten är författarens/författarnas och överensstämmer inte nödvändigtvis med SSM:s.

## Abstract

Swedish Boiling Water Reactors (BWRs) of internal pump type are all run under Normal Water Chemistry (NWC). A distinct sensitivity to Stress Corrosion Cracking (SCC) was seen in laboratory tests for Reactor Pressure Vessel (RPV) Low Alloy Steels (LAS) with increased S-content in the material or when sulphate or chlorides are present in the water. Recently, studies have shown increased sensitivity to SCC already at 3 ppb of chloride. This motivated lowering the BWR-water chemistry guideline level 1 from 5 to 3 ppb of chloride. The operating experience does not indicate this sensitivity to SCC in LAS. Further, a literature review of SCC-growth rate data at high K was limited, especially for LAS within a Swedish perspective only moderately conservative and thereby relevant Sulphur contents.

The project goal was to study SCC-growth in RPV-LAS with intermediate Sulphur contents in BWR-NWC-environment and with a focus on high K (50-70 MPa $\sqrt{m}$ ) to study the effect of various Chloride levels and Chloride spikes.

Eight actively loaded 37.7 mm wide CT-specimens were tested in simulated NWCenvironment with chloride contents between 0 and 90 ppb. The material was ASTM 533 Grade B Class 1 with 0.011 % Sulphur, by Swedish measures a conservative content. 6 specimens were used to test SCC-GR at constant K of 50, 60 and 70 MPa $\sqrt{m}$  respectively. The effect of periodic partial unloadings was studied using one specimen at 50 and 60 MPa $\sqrt{m}$  respectively.

Crack propagation during cycling was achieved for all specimens. Crack growth most often seized when transitioning to constant K. Constant K SCC-propagation was sometimes achieved at elevate Cl-contents, but no clear difference was noted between the chloride levels. The SCC crack growth was in these cases continuously decreasing followed the crack propagation ending abruptly.

Testing showed the following:

- Stress corrosion crack growth in pure environment was only possible with dynamic load (cycling).
- A few instances of continued growth at constant K were achieved at elevated chloride levels, at most 228h. Dynamic load was the main driver for crack growth.
- Crack growth at constant K was continuously decreasing followed by crack propagation ending abruptly.
- Clear differences between the chloride levels were not seen.
- Measured CGRs were below all crack growth rate disposition curves suggested in BWRVIP-233 revision 2.

• An incubation period of up to 40h was noted in some instances. A connection to the chloride content was not seen. Finding an incubation time during reduction of the chloride content was not possible since growth seized during the transients.

Hence, the plate high resistance to crack growth in both clean environments as during chloride transients relevant to NPPs and that dynamic loading is a primary driver for crack growth. Further, highly localized crack growth and the difficulty sustaining crack growth can be linked to limited availability of Manganese sulfide in the crack.

This study supports the conclusions in BWRVIP-233 rev.2 regarding both the sufficient margins of suggested crack growth curves, as the suggestion to apply factors compensating the calculated average CGR for the number of loadings/unloadings of autoclave testing and plant operations respectively.

## Sammanfattning

De svenska kokvattenreaktorerna av internpumpstyp körs alla med normalvattenkemi (NWC). I laboratorieförsök har en tydlig känslighet för spänningskorrosion (SCC) i låglegerat tryckkärlsstål vid NWC och förhöjd svavelhalt i materialet eller sulfat/kloridkontamination i vattnet kunnat påvisas. På senare tid har studier visat på förhöjd känslighet för SCC redan vid 3 ppb klorid, vilket föranlett sänkning av BWR-water chemistry guideline level 1 från 5 till 3 ppb klorid. Driftserfarenheterna från reaktordrift indikerar dock inte någon sådan tydlig känslighet för SCC i tankstål. Vidare visade en litteraturgenomgång att spricktillväxtdata vid höga K var få, speciellt för tryckkärlsstål med för svenska BWR måttligt konservativa och därmed relevanta svavelhalter.

Projektets mål var att studera spänningskorrosionstillväxt i reaktortankstål med medelhög svavelhalt i BWR-NWC-miljö och fokus på att vid höga K (intervallet 50-70 MPa√m) studera effekten av olika halter klorider, samt kloridspikar.

Åtta stycken aktivt belastade 37,5 mm CT-prov provades i simulerad BWR-miljö med kloridhalter mellan 0 och 90 ppb. Materialet var ett tryckkärlsstål av typ ASTM 533 Grad B Klass 1 med 0,011 % Svavel, en för svenska förhållanden konservativt hög svavelhalt. Med 6 provstavar provades spricktillväxt vid konstant K på 50, 60 respektive 70 MPa $\sqrt{m}$ . Effekten av periodiska partiella avlastningar studerades med en provstav vardera vid 50 och 60 MPa $\sqrt{m}$ .

Spricktillväxt vid kontinuerlig cykling erhölls enkelt för alla provstavar. Spricktillväxten upphörde dock oftast vid övergång till konstant K. Vid förhöjd kloridhalt erhölls vid några tillfällen SCC-tillväxt vid konstant K, men ingen tydlig skillnad noteras mellan de olika kloridhalterna. Tillväxthastigheten var i dessa fall kontinuerligt avtagande följt av ett tydligt spricktillväxtstopp.

Provningen visade följande

- Spänningskorrosionsspricktillväxt i ren miljö erhölls endast med dynamisk last (cykling)
- Vid förhöjda kloridhalter erhölls vid ett fåtal tillfällen fortsatt tillväxt vid konstant K-förhållanden, som mest i 228h, men det var främst vid dynamisk last som spricktillväxt erhölls
- Tillväxthastigheten vid konstant K var kontinuerligt avtagande följt av ett tydlig spricktillväxtstopp
- Några tydliga skillnader mellan de olika kloridhalterna gick inte att se
- Uppmätta tillväxthastigheter var alla under de tillväxtkurvor som föreslagits i BWRVIP-233 rev.2

• Vid några tillfällen initierades tillväxt efter en inkubationstid på upp till 40 h. Någon koppling till kloridhalten gick inte att se. En inkubationstid vid reduktion av kloridhalten i vattnet kunde inte mätas eftersom tillväxt upphörde under pågående kloridtransient.

Utifrån resultaten kan konstateras att plåten uppvisat ett högt motstånd mot spricktillväxt i såväl ren miljö som med kloridtransienter av anläggningsrelevant längd och att dynamisk last är den främsta drivkraften för spricktillväxt. Vidare konstateras lokaliserad spricktillväxt och svårigheten att bibehålla tillväxt som kan kopplas till begränsad tillgång på Mangansulfat i sprickan.

Resultaten i studien stödjer därmed slutsatserna i BWRVIP-233 rev.2 avseende såväl tillräckliga marginaler i föreslagna tillväxtkurvor, som förslaget att applicera omräkningsfaktorer som genom att ta hänsyn till antalet pålastningar i autoklavförsök kontra vid reaktordrift reducerar ansatt medeltillväxthastighet i reaktorn.

## Innehåll

| 1. Inledning och syfte                 | 7   |
|--|-----|
| 1.1. Syfte med projektet               | 9   |
| 2. Material                            | 10  |
| 2.1. Plåt av typ A 533B Class 1        | 10  |
| 2.2. Mekaniska egenskaper              | 12  |
| 2.3. Kontroll av kemisk sammansättning | 12  |
| 3. Experimentellt                      | 14  |
| 3.1. Material                          | 14  |
| 3.2. CT-prov                           | 14  |
| 3.3. Experimentuppställning            | 15  |
| 3.4. Provningsmiljö                    | 17  |
| 3.5. Mät och styrsystem                | 17  |
| 3.6. Utförande                         | 18  |
| 4. Resultat                            | 22  |
| 4.1. Miljö                             | 22  |
| 4.2. Spricktillväxtmätningar           | 23  |
| 4.3. Fraktografi                       | 25  |
| 5. Diskussion                          | 27  |
| 6. Slutsatser                          | 35  |
| 7. Erkännanden                         | 36  |
| 8. Referenser                          | 37  |
| Bilaga A - Materialintyg               | 38  |
| Bilaga B - Kemiskt analys              | 39  |
| Bilaga C - Ritning CT-prov             | 46  |
| Bilaga D - Förutmattning               | 48  |
| Bilaga E - Vattenkemi                  | 52  |
| Bilaga F - Spricktillväxt provning 1   | 56  |
| Bilaga G - Spricktillväxt provning 2   | 68  |
| Bilaga H - LOM-fraktografi             | 79  |
| Bilaga I - SEM                         | 108 |
| Bilaga J - Händelselogg                | 123 |

## Förkortningslista

| Förkortning | Utskrift  |
|-------------|---|
| ASTM        | American Society for Testing and Materials                      |
| BWR         | Boiling Water Reactor   |
| CGR         | Crack Growth Rate   |
| DCPD        | Direct Current Potential Drop                                   |
| EAC         | Environmentally Assisted Cracking                               |
| ECP         | ElectroChemical Potential (Electrochemical Corrosion Potential) |
| EPRI        | Electric Power Research Institute                               |
| FWHM        | Full Width Half Maximum   |
| К           | Spänningsintensitetsfaktor                                      |
| LAS         | Low Alloyed Steel   |
| LOM         | Light Optical Microscopy  |
| MD-01       | Materialdatahandboken   |
| NWC         | Normal Water Chemistry  |
| ppb         | Parts Per Billion   |
| ppm         | Parts Per Million   |
| RT          | Rumstemperatur  |
| SEM         | Scanning Electron Microscopy                                    |
| SHE         | Standard Hydrogen Electrode                                     |
| SCC         | Stress Corrosion Cracking                                       |

### 1. Inledning och syfte

Provning av spänningskorrosionskänsligheten hos tryckkärlsstål har visat på relativt snabb initiering och höga spricktillväxthastigheter i autoklavmiljö med simulerad normalvattenkemi (NWC). Inga skadefall som skulle bekräfta denna känslighet har noterats från kraftverken. De flesta av dessa data har erhållits med antingen höga svavelhalter i materialet, tydligt inslag av dynamisk last, eller i vatten med höga halter av sulfat eller klorid. På senare år har dock några studier från främst PSI och GE [1, 2] påvisat att förhöjda tillväxthastigheter redan i intervallet 3-5 ppb klorid. Detta är under den tidigare gränsen för normal driftskemi i EPRI Chemistry Guideline [3] på 5 ppb (action level 1). Gränsen reviderades därför nedåt till 3 ppb klorid [4]. Samtidigt pågår andra typer av studier för att förstå skillnaden mellan autoklavförsök och drifterfarenhet, t.ex. hur effekten av provstavens sprickgeometri kontra en spricka i anläggningen påverkar sprickkemin och därmed sprickkänsligheten. Vidare finns olika åsikter om hur den cladding som normalt skyddar tankstålet från kontakt med vattnet inverkar på spricktillväxt vid spricktillväxt som penetrerar cladding [5, 6, 1].

I samband med upptäckten av spänningskorrosion (SCC) i Alloy 182-buttring vid moderatortankens stödben i Forsmark gjordes uppmätning och beräkning av spänningsintensitetsfaktor K [7, 8] som visar att spänningsintensitetsfaktorn K i tankstålet strax under buttring/cladding kan nå höga nivåer (80-90 MPa√m). Dessa spänningar härrör huvudsakligen från sekundärlaster i form av höga svetsegenspänningar som inte till fullo relaxerar i samband med efterföljande värmebehandling av tanken.

En genomgång av tillgängliga spricktillväxtdata för spänningskorrosion i LAS visade att antalet datapunkter för transienter med låga kloridhalter och höga K var få. Data på material med svavelhalter i intervallet 0,011 - 0,015 % S, ett med svenska mått konservativt (högt) men relevant intervall visade sig saknas nästan helt. Nytillverkad tryckkärlsplåt med mer än 0,01 % svavel går på grund av de moderna tillverkningsmetoderna i princip inte att uppbåda och lagerhållet äldre material fanns inte tillgängligt inom de kända nätverken. Ett referensmaterial från Barsebäcks surveillance-program med 0,011 % svavel erbjöds av svenska tillståndshavares materialgrupp för provningen och levererades till projektet av OKG.

Dessutom noterades i litteraturgenomgången att sprickorienteringen tydligt påverkar tillväxthastigheten och att orienteringen varierat mellan studierna. Ibland har vald orientering varit otydlig i vissa fall har provning i plåtens plan, S-L riktningen enligt ASTM E399, använts för provning. Den orienteringen är generellt känsligast, men är i de flesta lägen irrelevant för spricktillväxt i kraftverken och bör därmed inte användas i underlaget för framtagande av spricktillväxtkurvor och i utvärdering av känsligheten för initiering.

En större genomgång av tillgängliga spricktillväxtdata för spänningskorrosion i LAS inklusive tillväxtkurvor (så kallade dispositionskurvor) finns beskrivet i EPRI BWRVIP-233. Under projektets gång gavs revision 2 av rapporten ut [9] som inkluderar data i intervallet 3 och 5 ppb klorid. I Figur 1 visas de föreslagna kurvorna vid olika Cl-halter i vattnet och svavelhalter i materialet. Skillnaden mellan de olika kurvorna är stor och flera brytpunkter ligger i området mellan 50 och 80 MPa $\sqrt{m}$ . I BWRVIP-233 anges kurvorna upp till 120 MPa $\sqrt{m}$ , men data vid K över cirka 50 MPa $\sqrt{m}$  är fåtaliga. Vidare konstateras att dispositionslinjerna inte anses vara relevanta över K = 70 MPa $\sqrt{m}$  och vid normala förhållanden begränsas K i en spricka till maximalt 70 MPa $\sqrt{m}$  enligt ASME sektion XI. Därmed anses högre K-värden inte vara av praktisk betydelse för den som följer ASME.

För provning valdes att, för att erhålla viss statistik, testa 8 provstavar samtidigt i en autoklav vid spänningsintensiteter i intervallet 50-70 MPa√m. Det täcker in övre gränsen för litteraturdata och upp så högt som 1,5"CT-prover kan användas under Small Scale Yielding SSY-förhållanden. För att kunna prova vid dessa K uppgraderades autoklaven från maximal lastkapacitet på 20 kN till 40

kN och digitalt styrda elektromekaniska lasttåg. Även DCPD-mätutrustningen och kemireglersystemen uppgraderades och automatiserades.



Figur 1: Rekommenderade dispositionskurvor från BWRVIP-233 rev.2 [9] för NWC och HWC.

Kloridhalterna är valda med utgångspunkt i nivåerna i EPRI BWRVIP Chemistry Guidelines [3], se Tabell 1. Provningen startar i ren miljö, sedan ökas kloridhalten till en basnivå på 3 ppb klorid, samma som action level 1. Påföljande kloridhalt valdes mitt i intervallet mellan action level 1 och 2, på 8 ppb. Tredje nivån på 18 ppb klorid placerades strax under action level 2. Denna nivå var innan provningen avsedd att vara den maximala kloridhalten i försöket. På grund av svårigheten att erhålla tillväxt ändrades planen under provning och en sista nivå placerades strax under action level 3, på 90 ppb.

Tabell 1: Åtgärdsnivåer gällande konduktivitet, sulfat och kloridhalter i BWR-NWC angivet i BWR Chemistry Guidelines [4].

| Control Parameter    | Action Level 1 | Action Level 2 | Action Level 3 |
|----------------------|----------------|----------------|----------------|
| Conductivity [µS/cm] | >0.3           | >1.0           | >5.0           |
| Sulfate [ppb]        | >5             | >20            | >100           |
| Chloride [ppb]       | ≥3             | >20            | >100           |

Tillståndshavare tittar på tillväxt över provningsintervallet på upp till 10 år, eller ofta anläggningens livstid, 40–80 år. Ett autoklavförsök kan sällan fortgå mer än månader, upp till något år. Oftast vill man bibehålla reaktorns vattenkemi och för komponenter relevanta spänningsintensitetsfaktorer. Då krävs att någon annan parameter varieras för att accelerera försöken.

Det är känt att miljöinducerad sprickning (EAC) i tankstål har ett kraftigt tidsberoende, vilket kräver en god förståelse för tillväxtmekanismerna och tillväxtbeteendet över tid. De viktigaste är:

1. Töjningshastigheten vid sprickspetsen, främst pålastningshastigheten vid dynamisk last.

- 2. Hålltiden vid konstant last, vid vilken sprickstoppning eller ökad tillväxt på grund av SCC kan uppstå.
- 3. Frekvens och vågform vid cyklisk last.

Tillväxt på grund av miljöbetingelser kan innebära en mycket lång inkubationstid och försöken kan därför inte stressas på för mycket.

Både publicerad litteratur och de goda erfarenheterna från drifthistoriken vid svenska kraftverk, helt utan skadefall av denna typ, indikerar att för tillväxt utan lasttransienter, samt så länge Water Chemistry Guidelines level 1 upprätthålls, erhålls mycket låga tillväxthastigheter. Vid höga kloridhalter är det rimligt att sätta provningstiden i relation till hur länge en anläggning får köra vid respektive nivå.

EPRI har föreslagit att omräkningsfaktorer skall appliceras på data från autoklavförsök [9]. Dessa tar hänsyn till antalet pålastningar och reducerar medeltillväxthastigheten för det begränsade antal cykler som gäller vid reaktordrift. Detta gäller främst för tillväxthastigheter i ren miljö och för mycket låga kontaminantkoncentrationer.

I föreliggande rapport beskrivs försök med förhöjda kloridhalter där provningstiderna är i paritet med dem som kärnkraftverken enl. EPRI BWRVIP Chemistry Guidelines rekommenderas att maximalt köra vid respektive miljö. Hastigheterna reduceras därför inte på motsvarande sätt.

#### 1.1. Syfte med projektet

Projektets syfte är att studera spänningskorrosionstillväxt i reaktortankstål med (för svenska BWR konservativ) medelhög svavelhalt i BWR-NWC-miljö och fokus på att vid höga K (intervallet 50-70 MPa $\sqrt{m}$ ) studera effekten av olika halter klorider, samt kloridtransienter.

### 2. Material

Materialet som testats är ett ferritiskt stål av typen A.533 B Cl. 1. med en svavelhalt på 0,011 %, vilket ligger något över typiska svavelhalter i svenska anläggningar men faller i en internationell jämförelse i intervallet låga till medelhöga svavelhalter. Plåten levererades av OKG och härrör från en referensplåt till Barsebäck KKV.

Från början var avsikten att testa en plåt med något högre svavelhalt, cirka 0,013 %, men det var inte möjligt att hitta en existerande plåt med den svavelhalten och som även i övrigt överensstämmer med önskade egenskaper. Nytillverkad plåt med så hög svavelhalt gick heller inte att uppbåda eftersom moderna tillverkningsprocesser sänker svavelhalten långt under den för försöken önskade svavelhalten.

#### 2.1. Plåt av typ A 533B Class 1

Plåten som används i detta försök har beteckning B42FB härrör från referensmaterial till Barsebäck KKV. Materialintyget finns i bilaga A. Plåten är släckt och anlöpt och visar en normal sammansättning. Utöver de 0,011 % svavel noteras en kopparhalt på 0,11 % och normala, men lite högre halter fosfor 0,010 % samt tenn 0,017. En bild på materialämnet ur vilket prover togs kan ses i Figur 2.

| Ämne | Skänkanalys | Kontrollanalys |        |
|------|-------------|----------------|--------|
|      |             | Торр           | Botten |
| С    | 0,185       | 0,195          | 0,185  |
| Mn   | 1,365       | 1,360          | 1,350  |
| Si   | 0,275       | 0,275          | 0,275  |
| Ni   | 0,590       | 0,600          | 0,600  |
| Cr   | 0,120       | 0,130          | 0,130  |
| Мо   | 0,525       | 0,515          | 0,505  |
| S    | 0,011       | 0,011          | 0,011  |
| Р    | 0,011       | 0,010          | 0,010  |
| Cu   | 0,110       | 0,115          | 0,110  |
| Sn   | 0,017       | 0,019          | 0,019  |
| Со   | 0,022       | 0,023          | 0,023  |

Tabell 2: Kemisk sammansättning av ingående material (viktsandelar - %).

Figur 2: Bild på plåtämne innan provtillverkning.



Mikroskopi utfördes på polerat tvärsnitt i ljusoptiskt mikroskop (LOM) och plåten uppvisar en normal mikrostruktur med distinkta mangansulfider, se figur 3. Mikrostrukturen togs fram genom försiktig etsning med Nital, se figur 4. Kornstorleken uppskattas genom interceptmetoden till 40 µm. Från mikrostrukturbilderna bestämdes valsningsriktningen till att vara tvärs plåtämnets längdriktning.





Figur 4: Mikrostruktur på svagt och kraftigare etsat tvärsnitt.



#### 2.2. Mekaniska egenskaper

Dragprovning utfördes i luft vid rumstemperatur (RT) och försökstemperaturen 288 °C enligt EN-ISO-6892-1 respektive EN-ISO-6892-2. Proverna är uttagna med orientering i plåtens plan, överensstämmande med CT-provens lastriktning. Resultatet från dubbelproven visar på nära identiska resultat, se Tabell 3 och Figur 5 nedan.

| Prov # | Temp. [°C] | Rp <sub>0,2</sub> /MPa | Rm /MPa |
|--------|------------|------------------------|---------|
| 1      | RT         | 437                    | 583     |
| 2      | RT         | 434                    | 585     |
| 3      | 288°C      | 400                    | 584     |
| 4      | 288°C      | 399                    | 580     |
|        |            |                        |         |

Tabell 3: Dragprovdata vid RT och provningstemperatur.

Figur 5: Dragprovkurvor för materialet vid 23 °C och 288 °C.



#### 2.3. Kontroll av kemisk sammansättning

För att verifiera den kemiska sammansättningen gjordes ny mätning på material från mitten av plåten, se bilaga B. Resultatet från smältextraktionsmätningen för kol, svavel antyder en något lägre svavelhalt på 0,09 %, men är osäker då variationen mellan proverna varit stor. Detta hör samman med att lokala variationer i svavelhalten förekommer. Kol är mer jämnt fördelat i plåten och halten är precis enligt specifikationen 0,18 %. En XRF-mätning gjordes för att verifiera kemiska sammansättningen och resultaten stämmer överens med resultaten från materialintyget, se Tabell 4.

| Analyte | Concentration |
|---------|---------------|
| Si      | 0,00          |
| Р       | 0,03          |
| S       | 0,04          |
| V       | 0,01          |
| Cr      | 0,11          |
| Mn      | 1,23          |
| Fe      | 96,72         |
| Ni      | 0,54          |
| Cu      | 0,10          |
| Nb      | 0,01          |
| Мо      | 0,48          |
| W       | 0,00          |

Tabell 4: Kemisk sammansättning från XRF-mätning på provmaterialet.

### 3. Experimentellt

Provningen utfördes i en multi-CT utrustning, där åtta CT-prov provades samtidigt i Studsvik autoklavposition 65. Utrustningen uppgraderades inför provningen med nya belastningsanordningar, samt delvis nya DCPD-mätinstrument och reglersystem för vattenkemin.

#### 3.1. Material

Provmaterialet är tryckkärlsstål av typ 533B med en svavelhalt på 0,11 %. Produktformen är valsad plåt med tjocklek 170 mm. En utförlig beskrivning av materialet ges i avsnitt 2 ovan.

#### 3.2. CT-prov

I försöket testades 8 stycken aktivt belastade prover, samt 1 obelastat CT-prov som referens för att kompensera för eventuell inverkan av miljövariationer på spricklängdsmätningen. Proverna hade tjockleken (B) 37,5 mm var försedda med sidospår med djup om 12,5 % av tjockleken på vardera sidan av provet. Detta är maximalt tillåtet djup enl. ASTM E1820 och medgav K-nivåer som annars inte kunnat uppnås med tillgänglig multi-CT-autoklav. Proverna gavs unika id (CT1-CT15), märktes vid tillverkning med spritpenna och märktes innan slutrengöring om med vibratorpenna. Proverna orienterades med sprickplanet i L-S orientering enligt ASTM 399 och en ritning på hur proverna placerades i ämnet och ritning på provstaven återfinns i bilaga C.

För provning, upptagande av referensprovkurva, samt reservprover tillverkades totalt 15 CTprover genom gnistning följt av att hålen borrades. Stehlo Verktygs AB i Eskilstuna utförde provtillverkning inklusive måttkontroll.

Provstavarna förutmattades i A-hallen position 42 till tre olika spricklängder beroende på önskad K-nivå vid provning, se bilaga D. De förutmattningsspricklängder som valdes var, 40 mm, 44 mm och 46,5 mm. Längderna valdes så att önskat K skulle kunna uppnås vid fullast efter första utmattningssteget i miljö. Förutmattningen skedde enligt Tabell 5-6 och resultat från förutmattningen, inklusive utmattningstillväxthastigheter återfinns i Tabell 7. Provstavarna CT 1 och CT 2 användes för framtagande av DCPD-referenskurvan och inkluderas ej i tabellerna.

| K <sub>max</sub><br>MPa√m | R-<br>värde   | Δa (mm)   | a <sub>end</sub><br>(mm)  | f (Hz)  |
|---------------------------|---|---|---|---|
| 22                        | 0,1   | 5   | 35  | 2-5   |
| 23,5                      | 0,1   | 3-5   | 38-40   | 2-5   |
| 25                        | 0,1   | 0-5   | 38,5-45   | 2-5   |
| 25                        | 0,6   | 1,5   | a <sub>final</sub> =40-46,5   | 2-5   |
|                           | K <sub>max</sub><br>MPa√m<br>22<br>23,5<br>25<br>25 | Kmax<br>MPa√m         R-<br>värde           22         0,1           23,5         0,1           25         0,1           25         0,6 | Kmax<br>MPa√m         R-<br>värde         ∆a (mm)           22         0,1         5           23,5         0,1         3-5           25         0,1         0-5           25         0,6         1,5 | Kmax<br>MPa√m         R-<br>värde         Δa (mm)         aend<br>(mm)           22         0,1         5         35           23,5         0,1         3-5         38-40           25         0,1         0-5         38,5-45           25         0,6         1,5         a <sub>final</sub> =40-46,5 |

Tabell 5: Förutmattningsprocedur för förutmattning i luft vid RT för CT-3-10 med olika slututmattningslängd, afinal.

| Steg | K <sub>max</sub><br>MPa√m | R-<br>värde | Δa (mm) | a <sub>end</sub><br>(mm)    | f (Hz) |
|------|---------------------------|-------------|---------|-----------------------------|--------|
| А    | 20                        | 0,1         | 5       | 35                          | 2-5    |
| В    | 20-25                     | 0,1         | 3,5-5   | 38,5-45                     | 2-5    |
| С    | 25                        | 0,6         | 1,5     | a <sub>final</sub> =40-46,5 | 2-5    |

En sammanfattning av tillväxthastigheterna vid utmattning i luft vid rumstemperatur presenteras i Tabell 7. Resultaten är väl sammanhållna vid de olika K-nivåerna för provstavaran, se Figur 22.

| da/dN [mm/cykel] | R=0,1   | R=0,1   | R=0,1   | R=0,6   |
|------------------|---------|---------|---------|---------|
| K= [MPa√m]       | 25      | 22      | 20      | 25      |
| CT 3             | 5,3E-05 |         |         | 4,6E-06 |
| CT 4             | 5,4E-05 |         |         | 5,0E-06 |
| CT 5             | 4,8E-05 | 3,2E-05 |         | 4,9E-06 |
| CT 6             | 4,4E-05 | 2,5E-05 |         | 4,9E-06 |
| CT 7             | 3,6E-05 | 2,6E-05 |         | 5,2E-06 |
| CT 8             | 4,0E-05 | 3,0E-05 |         | 4,4E-06 |
| CT 9             | 4,2E-05 |         | 2,9E-05 | 4,9E-06 |
| CT 10            | 4,4E-05 |         | 2,4E-05 | 4,4E-06 |
| CT 11            | 4,6E-05 |         |         | 5,0E-06 |
| CT 12            |         |         | 2,6E-05 | 4,4E-06 |
| CT 14            |         |         |         | 4,8E-06 |
| CT 15            |         |         | 2,5E-05 | 4,9E-06 |
| Medel            | 4,5E-05 | 2,8E-05 | 2,6E-05 | 4,8E-06 |
| Std.av.          | 5E-06   | 3E-06   | 2E-06   | 3E-07   |

Tabell 7: Tillväxthastigheter från förutmattningen i luft.

#### 3.3. Experimentuppställning

Figur 7 visar flödesschema över autoklavsystemet som användes i provningen (position 65). Högrent och avgasat vatten från Studsviks vattenreningsanläggning pumpas till autoklaven med en högtryckspump. Vid NWC (normalvattenkemi) doseras syrehaltigt vatten in i huvudflödet på lågtryckssidan från ett mättnadskärl i vilket syrgas bubblas i högrent vatten. Före högtryckspumpen doseras från ett separat kärl även eventuella klorider. Konduktiviteten i vattnet registreras både före och efter autoklaven, medan syre mäts upp efter autoklaven.

#### Figur 6

Foton över provriggen. Vänster bild visar autoklaven öppen, med autoklavlock och belastningsanordningar till höger. Höger bild visar autoklaven underifrån med lock och belastningsanordningar monterade.



Figur 7: Schematiskt flödesschema över försökskretsen.



En ny referenskurva för DCPD togs upp innan provning. Dels så fanns ingen referenskurva tillgänglig för 37,5 mm breda CT-prover där sidospåren var 12,5 % djupa och dels så kontrollerades hur väl existerande DCPD-kurvor upptagna på rostfritt stål stämde på låglegerat stål. För framtagande av referenskurvan utmattades CT 1 och CT 2 och bröts upp för spricklängdsmätning.

I uppstartsskedet efter pålastning av proverna beräknades en mätosäkerhet för DCPD på respektive provstav utifrån Full Width Half Maximum (FWHM) enligt Tabell 8. Metoden har även tillämpats i tidigare provningar i Studsvik [10, 11, 12]. Upplösningen bestämdes under en period av cirka 15 h när ingen eller mycket liten tillväxt registrerades. Med hänsyn tagen till att mätningen gjordes tidigt i provningen då korrosionen ej till fullo stabiliserats, samt provstavsstorleken och materialet så uppvisade dock samtliga prov en god upplösning, se Tabell 7. En kraftigare avdrift i början av föroxideringen noterades för DCPD på LAS i jämförelse med vad som normalt ses vid provning av rostfritt stål. Denna avtog dock ganska snabbt och stabiliserade under den senare delen av föroxideringen.

| Prov- | Std.avv. | Upplösning |
|-------|----------|------------|
| pos.  | V        | μm         |
| 1     | 0,0035   | 10         |
| 2     | 0,0038   | 14         |
| 3     | 0,0038   | 24         |
| 4     | 0,0102   | 11         |
| 5     | 0,0042   | 18         |
| 6     | 0,0068   | 8          |
| 7     | 0,0036   | 8          |
| 8     | 0,0034   | 9          |

**Tabell 8:** Utvärdering av spricklängdsupplösning med FWHM-metoden utifrån brus i DCPD-signalen. Mätningenär gjord tidigt i provning då bruset var som störst.

#### 3.4. Provningsmiljö

NWC simulerades genom att dosera 500-2000 ppb syre till avgasat vatten. Syret i utgående vatten, liksom konduktiviteten på både in- och utgående vatten, mättes kontinuerligt under provningen med ett instrument från Mettler Toledo (Thornton 770 Max) med sensorer (1000-30). Detta jämfördes genom periodiska mätningar med en optisk syresensor kopplad till multiparametersändare M800.

Den nominella temperaturen under provningen var 288 °C och den mättes kontinuerligt med tre termoelement av typ N, belägna i övre delen, centralt och i den nedre delen av autoklaven. Termoelementen uppe och nere var belägna i anslutning till proven med aktiv belastning. Temperaturregleringen styrdes av en regulator från Eurotherm av modell 2216e. Korrosionspotentialen mättes kontinuerligt på ett separat prov med mot en intern Ag/AgCl-elektrode (0,01 M), belägen i den övre delen av autoklaven, i anslutning till proven under gult lock, se pil i Figur 8.

Dosering av klorider sker med dospump från ett kvävebubblat doskärl innehållande en doslösning blandad till 3 ppm klorid. Utöver dospumpens noggrannhet så kontrolleras även doseringshastigheten genom kontinuerlig vägning av kärl inklusive dosvätska. Därigenom kan massflödet beräknas med hög precision. För beräkning av kloridhalten i autoklaven krävs även en god kännedom om huvudflödeshastigheten. Den mäts på utloppet från autoklaven efter kylaren med en Bronkhorst ES-FLOW ultraljudsflödesmätare. Huvudflödet var under provningen inställt på 30 l/h.

#### 3.5. Mät och styrsystem

Varje aktivt belastat prov belastas enskilt med en stegmotor och växellåda som överför kraften till en dragstång (designlast 40 kN). Lasten läses av med lastceller från Bofors Elektronik, 50 kN maxlast.

Figur 8: Skiss av autoklaven i genomskärning med dragstänger och prover monterade.



Spricklängderna för samtliga 9 prov övervakas kontinuerligt under provningen med DCPD-teknik. Denna teknik beskrivs utförligare i referens [13]. Varje prov är elektriskt isolerat från provhållarna med keramiska bussningar och brickor av yttriumstabiliserad zirkoniumoxid. Spänningsfallet över proven mäts med två multimetrar 34420A från Agilent. Varje prov matas med en konstant ström om 4 A från ett kraftaggregat (med flera utgångar) från Agilent (typ N6700B).

Spricktillväxtdata och de miljöparametrar som mäts samlas in med en logger (Agilent 34970A) innan data via ett labview-baserat styrprogram sparas med cirka 2 minuters mellanrum. Labview-programmet styr även belastningen på respektive provstav under provningen. Cirka en gång per dygn sparas sedan data till en extern mätfil för utökad uppföljning.

#### 3.6. Utförande

Provningen utfördes i Studsviks autoklavhall (position 65), i en multi CT-utrustning med plats för åtta stycken aktivt belastade CT-prov.

Tabell 9 visar provningsmatrisen för de aktivt belastade proven. Position 1-4 är placerade i botten av autoklaven medan position 5-8 är placerade i toppen av autoklaven (se figur 22).

Spricklängd för respektive provstav som funktion av tid under provningens genomförande redovisas för delförsök 1 i bilaga F och delförsök 2 i bilaga G. Spricklängderna som redovisas är korrigerade för sann spricklängd enl. beskrivning i sista stycket av detta avsnitt.

| K <sub>max</sub> | Placering  | Placering |            | Provstav # |  |  |
|------------------|------------|-----------|------------|------------|--|--|
| MPa√m            | i autoklav |           | Provning 1 | Provning 2 |  |  |
| 70               | Nedre Lock | 1         | CT 6       | CT 6       |  |  |
| 60               |            | 2         | CT 11      | CT 11      |  |  |
| 50               |            | 3         | CT4        | CT4        |  |  |
| 50 <sup>1</sup>  |            | 4         | CT 5       | CT 15      |  |  |
| 70               | Övre Lock  | 5         | CT 7       | CT 7       |  |  |
| 60               |            | 6         | CT 9       | CT 10      |  |  |
| 50               |            | 7         | CT 3       | CT12       |  |  |
| 60 <sup>1</sup>  |            | 8         | CT 8       | CT 14      |  |  |

 Tabell 9: Översiktlig provningsmatris.

1 Provstaven körs med periodisk avlastning 7200 s hålltid, R = 0,7.

Efter montage av provstavarna belastades de till 3 kN (< 10 % av provningslasten) för att förhindra snedställning. Efter stängning av autoklaven så spolades autoklaven med renvatten, sedan (vid t = 0) ökades temperaturen till 65 °C och spolning pågick tills konduktiviteten stabiliserats. Därefter ökades trycket till 90 bar, 2 ppm syre doserades och värmning av autoklaven påbörjades vid 74 h med cirka 40 °C per timme. Vid 105 h nåddes försökstemperaturen. Föroxidering av proven pågick sedan i simulerad NWC (288 °C) med 2 ppm syre till 265 h då autoklaven togs ner för åtgärd av den interna referenselektroden, och en kompletterande arbetselektrod installerades nära referenselektroden. Autoklaven värmdes därefter åter med full temperatur vid 297 h. Därefter pågick föroxidering tills miljön var etablerad med stabil ECP, konduktivitet och DCPD-signal. Vid 415 h startades steg 1 då proven belastades till cirka 90 % av avsedd maxlast (enligt Tabell 9), medan miljön hölls oförändrad. Provningen startade sedan vid 464 h då proverna belastades till start-K och spricklängderna i DCPD-mätningen kalibrerades. Provningen fortgick sedan enligt provningsförfarandet i Tabell 10.

| Steg           | Lastläge                   | frekvens [Hz]        | R-värde | inkrement |
|----------------|----------------------------|----------------------|---------|-----------|
| 0              | 3kN                        | -                    | 1       |           |
| 1              | >90% av fullast            | -                    | 1       |           |
| 2              | dK/da till 40kN            | 2,5x10 <sup>-2</sup> | 0.6     | 0.2 mm    |
| 3              | Konstant K                 | 1x10 <sup>-2</sup>   | 0.6     | 0.1 mm    |
| 4 <sup>1</sup> | dK/da till fullt K         | 1x10 <sup>-3</sup>   | 0.6     | 0.1 mm    |
| 5 <sup>1</sup> | Konstant K                 | 3000s hålltid        | 0.6     | 0.1 mm    |
| 6              | Provningssteg <sup>2</sup> |                      |         | -         |

Tabell 10: Tabell över uppstartsmatris för respektive provstav.

<sup>1</sup> Om tillväxt avstannat i steg 6 upprepas vid behov steg (4 och) 5. 2 Provningssteg enl. Tabell 9.

Suffet med steg 2 och 3 är att generera en tillväva

Syftet med steg 2 och 3 är att generera en tillväxande korrosionsutmattningsspricka och samtidigt driva fram den till den spricklängd som är nödvändig för att med provutrustningen kunna belasta till sökt K. Frekvensen sänks stegvis och i steg 4 höjs sedan K genom en dK/da-ramp till avsett K, varefter övergång till steg 5 med 3000 s hålltid sker för att generera en tillväxande SCC-spricka. Efter 0,1 mm tillväxt övergår provningen till steg 6 där i vilket provning skall genomföras med varierande vattenkemi. För positioner 1-3 och 5-7 innebär steg 6 konstant K vi 50-70 MPa $\sqrt{m}$ , medan prov 4 och 8 belastas vid K = 50 MPa $\sqrt{m}$  respektive K = 60 MPa $\sqrt{m}$  med en periodisk avlastning (R = 0.7 och 7200 s hålltid). Eftersom provstavarna belastas individuellt och tillväxten varierar så sker steg 3 och framåt vid något olika tidpunkter för respektive provstav.

Syrehalten var i uppstartsekvensen med 2000 ppb, strax efter att provningen startats med steg 2 (vid 487 h) sänktes (vid 489 h)  $O_2$ -halten från 2000 ppb till 500 ppb. Efter 500 h provning vid 500 ppb höjdes  $O_2$  till 1000 ppb (vid 989 h), samt senare i provningen till 2000 ppb för att ytterligare säkerställa att tillräckligt stort syreöverskott fanns tillgängligt på proverna, se vidare resultat och diskussionen nedan.

Effekten av klorid provades med grunddosering på 3 ppb och toppar vid flera olika kloridhalter. Initialt avsågs provning ske med 0, 3, 8 och18 ppb Cl, men på grund av låga tillväxthastigheter ökades Cl-doseringen stegvis till maximalt 90 ppb.

Vid 1138 h slutade tillfälligt regleringen av last att fungera och provpositionerna 4 och 6-8 överlastades. I systemet finns lastgränser satta, men på grund av en serie händelser där en kort förlust av ström till motorstyrningen (där hårda lastgränser programmerats), senare följt av att styrdatorn hängde sig, innebar att motorerna tappade såväl reglering som hårda lastgränser. Systemet har därefter förbättrats så att strömavbrott inte påverkar lastgränserna och en kontinuerlig kontroll av att kommunikationen med styrdatorn har introducerats.

På grund av överlasten ovan togs autoklaven ner, prover och komponenter inspekterades och överlastade prover togs ut. För de överlastade provpositionerna förutmattades och monterades nya provstavar i autoklaven. Systemet stängdes och återstartades varefter spolning och föroxidering genomfördes enligt samma procedur som tidigare. Steg 0-1 enligt tabell 10 kördes för alla provstavar. Förutmattningen i miljö (steg 2-3, Tabell 10) kördes på de nya provstavarna, medan återstående prover direkt till steg 4. Efter 147 h var alla provstavar åter i steg 6 och 3 ppb klorid återinfördes. Spricktillväxten avstannade och cykling (steg 4-5) initierade ny tillväxt varefter tillväxten avstannade för alla prov utom provposition 3 (K = 50 MPa $\sqrt{m}$ ) och 5 (K = 70 MPa $\sqrt{m}$ ). Ökning av kloriddosering skedde sedan vid 386 h och position 4 (K = 50 MPa $\sqrt{m}$ , R = 0,7) började att tillväxa vid 447 h. provposition 3 och 5 upphörde att tillväxa vid drygt 600 h och övriga gav ingen signifikant tillväxt.

Efter 648 h provning ökades kloridhalten till 18 ppb och pos 4 fortsatte att tillväxa medan övriga provstavar inte visade på någon tillväxt. En ytterligare ökning av O2 till 2 ppm skedde vid 718 h och PPU infördes för att återstarta sprickorna. Tillväxt vid cykling fortsatte sedan efter avslutad PPU i provposition 5-8, medan 2 omgångar PPU i provposition 1-3 gav mycket minimal tillväxt. Ett 3:e försök med steg 4 följt av steg 5 resulterade i tillväxt som avstannade vid konstant K. Samtidigt startades provposition 6, 7 åter om i steg 5 då dessa stannat och provposition 6 avstannade igen medan provposition 7 fortsatte att tillväxa vid konstant K.

Ny ökning av kloridhalten till 90 ppb och för de positioner där DCPD inte indikerade pågående sprickning vid 18 ppb gjordes ytterligare ett försök att få igång sprickningen. För provposition 1-3 samt 6 (958 h) startades därför PPU med hålltid (steg 5). Prov 4 och 8 med PPU reagerade på kloridökningen, så även prov 6 som efter övergång från PPU till konstant K uppvisade mycket sakta tillväxt som efter 39 h inkubationstid tillväxte med hög hastighet. Omstart med PPU av prov 1-3 vid 1012 gav tillväxt i prov 1 och 2 men ej i prov 3 och beslut togs om att köra denna med PPU (steg 5 från 1032 h) resterande del av provningen.

Kloridhalten sänktes efter 1032 h till 18 ppb följt av 0 ppb 29 h senare. Provningen avslutades vid 1106 h då proverna avlastades följt av autoklavnedkörning.

Efter avslutad provning efterutmattades samtliga prover och bröts upp. För att bestämma total spricktillväxt, samt få information om sprickfronternas form och spricksätt, genomfördes en fraktografisk undersökning i ljusoptiskt mikroskop (LOM) och svepelektronmikroskop (SEM). Startsprickans längd, mellanliggande tydligt uppmätbara spricklängder, samt slutspricklängd bestämdes på 20 ekvidistanta ställen längs med provets bredd. Spricklängden beräknades som medelvärdet av de uppmätta punkterna på den del av sprickfronten som tillväxt i aktuellt steg.

Utvärderingen av prover är genomförd med korrigerade DCPD-spricktillväxtdata för verkliga tillväxter uppmätta på de uppbrutna provstavarna. Medeltillväxt för den region där tillväxt skett i aktuell provningssekvens anses vara tillväxthastigheten för provstaven. Områden som ej tillväxt är därmed borttagna från medelvärdet. Detta ger en något högre tillväxthastighet än strikt medel, men kan på grund av svårigheten att initiera tillväxt anses vara en representativ, om än något konservativ, utvärderingsmetod.

En störning i Studsviks centrala servermiljö orsakade i samband med dataöverföring från provningsdator till gemensam server att provningsdatorn startade om och därmed upphörde tillfälligt lastregleringen. Motorer och styrelektronik fortsatte då att göra det som senast gavs kommando om (stå still, öka last eller minska last). För att förhindra överlast finns därför lastgränser som automatiskt programmeras i styrelektroniken vid varje nytt programsteg.

Vid störningen fungerade dessa lastgränser som avsett för position 1,2 3, 5, men ej för position 4 och 6-8.

- 4. Överlastad.
- 6. Provstaven avlastades, följt av trycklast 17 kN och böjd dragstång.
- 7. Överlast med 15 %.
- 8. Överlast > 70 %.

Orsaksanalysen visar att strömmen till motorerna brutits i samband med åtgärd av ny mätelektrod som skett under föroxideringen. Då strömmen bröts återgick motorernas styrelektronik till defaultläget, vilket var utan lastgränser. I samband med provningsdatorincidenten var därför lastgränserna avstängda för position 4, 6-8.

För att säkerställa att incidenten inte inverkar på provningsresultatet så ersattes alla påverkade provstavar innan provningen återstartades.

Innan återstart av autoklaven genomfördes även ett antal åtgärder för att förhindra att liknande händelser kan ske igen.

- Specifika tekniska åtgärder genomfördes för att förhindra upprepning
  - Ändring av lastgränser i styrelektronik till default på.
  - Ändring av styrprogram så att lastgränser sätts i varje steg.
  - Ändring så att stop-signal automatiskt skickas till alla motorer vid start av styrprogram.
  - o Tvåvägskontroll av.
- Ärende drevs via Studsviks avvikelse och erfarenhetsåterföringssystem för att förhindra liknande händelser och dokumentera analys och lösningar.
- Uppdatering av instruktion för autoklaven.

### 4. Resultat

I bilaga J finns en sammanställning av händelserna i provningen. De viktigaste händelserna beskrivs under respektive rubrik nedan. Initial plan för provningen var att efter fullgjord uppstartsprocedur i ren miljö försöka få tillväxt vid konstant K och sedan studera effekten av klorid genom att gå upp till en basnivå på 3 ppb klorid, följt av 100 h långa kloridspikar vid 8 respektive 18 ppb klorid. Det var dock svårt att få tillväxten att fortsätta utan cykling. På grund av detta så ändrades planen och klorid doserades med ökande halter upp till 90 ppb följt av snabb nedtrappning till ren miljö, se Figur 9.

Figur 9: Schematisk skiss på doseringen av klorider under provningen.



#### 4.1. Miljö

I bilaga F redovisas miljöparametrarna (temperatur, tryck, konduktivitet, syrehalt, kloridhalt, ECP och flöden) i diagramform tillsammans med händelserna under provningen. Vattenkvaliteten mättes periodiskt under provningen på utloppsvattnet från autoklaven. Mätresultaten visade en god vattenkvalitet med låga fluorid- ( $\leq 1,7$  ppb), klorid- ( $\leq 0,4$  ppb) och sulfathalter ( $\leq 2,4$  ppb), samt att doserad kloridhalt överensstämde väl med sökt dosering, se bilaga F. Doseringen av klorid var mycket stabil under provningen. Dock stängdes kloriddosering av en kort stund i samband med påfyllning av doskärlet vilket vid 645 h och 841 h och 982 h orsakade korta dippar i kloridhalten.

Doseringen av syre ändrades under provningen mellan 500 ppb och 2000 ppb utan att förändra ECP nämnvärt. En tydligare effekt på ECP noterades från dosering av de högsta kloridhalterna. Inverkan av syrehalter och klorider berörs vidare i diskussionen.

Generellt sett uppvisade samtliga uppmätta miljöparametrar en stabil nivå överensstämmande med dem i andra provningar i samma utrustning. Reglering av syrehalten sker manuellt genom ändring på dospumpen varför halten varierat något i samband med ändringar av halten. Det absoluta värdet i plottarna bilaga E är också något avvikande från börvärde eftersom justeringen skett mot den (nya) optiska och mer tillförlitliga mätutrustningen. Denna mäter dock endast periodiskt och var vid försökets genomförande ännu inte uppkopplad för dataloggning. ECP påverkades dock som tidigare nämnts inte signifikant, vilket indikerar att variationen i syrehalt är av sekundär betydelse.

Temperaturen i autoklaven skiljde under försöket cirka 2-3 °C mellan övre och nedre ände av autoklaven. Skillnaden i temperatur mellan provstavarna var därför mindre än så. Vidare så justerades temperaturen efter 354 h i provning 2 upp 1 °C genom ökning av temperaturen på tillflödesvatten, vilket minskade temperaturgradienten över autoklaven ytterligare.

#### 4.2. Spricktillväxtmätningar

Spricktillväxtmätningen genomfördes enligt plan och DCPD-mätningen skedde utan avbrott på alla provstavar. Upplösningen var generellt bra, bestämd till cirka 10 µm enligt FWHM-metoden som använts i flertalet tidigare provningar. Prov 2, 3 och 5 var något brusigare, se Tabell 8. Det fanns ingen koppling mellan position och upplösning på DCPD.

I bilagor F och G presenteras spricktillväxtdiagram från alla prover. Spricklängden har korrigerats linjärt från spricklängd uppmätt på brottytan. Initialt i provningen, vid kraftigt cyklisk belastning så tillväxte sprickan över hela provets bredd. Sprickfronten var då rak, men när inverkan av miljötillväxt ökade och inverkan av cyklisk last minskade så tillväxte sprickan ojämnt i solfjäderform. Det är normalt och sker i olika grad vid de flesta SCC-provningar på LAS. Där tillväxten inte skett längs hela sprickans längd användes endast medel av den aktivt tillväxande spricklängdsdelen för spricklängdskorrektionen. Brottytor som visar sluttillstånd för respektive sprickfront presenteras i bilagor H, I.

Den ojämna sprickfronten innebär även att K varierat längs med sprickan. Det K som anges i varje enskild punkt är beräknad på medellängden för sprickan.

Efter föroxidering, pålastning och kalibrering av spricklängden a för alla provstavar så startades cykling (440 h efter uppstart) med 0,025 Hz och R = 0,6. Snabb spricktillväxt erhölls i alla provstavar. Vid efterföljande steg med minskande frekvens så sjönk spricktillväxthastigheterna och tillväxt fortsatte under PPU med 3000 s hålltid. Vid övergång till konstant K så upphörde tillväxten för alla konstant K-provstavar. För position 4 och 8 justerades PPU till en längre hålltid på 7200 s och R ökades från 0,6 till 0,7. Även för dessa provstavar upphörde i princip spricktillväxten. För att se om tillväxten kom igång kördes provningen med dessa förhållanden i cirka 300 h utan att sprickning tog fart i någon provstav. 921 h in i provningen adderades 3 ppb klorid i vattnet, men ingen tillväxt uppmättes under de efterföljande 200 h provning. Beslut togs därför att återstarta sprickningen med mekanisk cykling. Cykling med 0,001 Hz följt av PPU med 3000 s hålltid gav god respons med tillväxt på alla prover. I anslutning till detta så inträffade datorproblem som orsakade att lastregleringen på position 4, 6, 7 och 8 felfungerade. Vid 1138 h avbröts därför provning, för åtgärder. Analys av felet och genomförda åtgärder beskrivs i avsnitt 3.6.1.

Provstavarna i position 4, 6, 7 och 8 ersattes med nya och en ny föroxidering inleddes. Efter föroxidering och pålastning av provstavar så startades cykling för de ersatta proverna på samma sätt som ovan. När de första stegen avverkats på dessa positioner så startades övriga positioner med R = 0.6 vid 0,001 Hz följt av PPU med 3000 s hålltid för alla prover. Vid cyklisk last var spricktillväxten god på samma sätt som tidigare. Endast position 1-3 uppnådde konstant K i ren miljö. För position 1 (vid K = 70 MPa $\sqrt{m}$ ) uppmättes viss tillväxt med 2,8×10<sup>-8</sup> mm/s vid konstant K i ren miljö, denna är dock något osäker på grund av tillfälligt brusig DCPD-signal. För position 2 och 3 uppmättes trots försök att erhålla tillväxt genom introduktion av 5 cykler PPU ingen tillväxt. Dosering av 3 ppb klorid introducerades efter 147 h och i nära anslutning till detta ändrades de positioner som låg kvar i PPU till slutsteget med konstant K respektive PPU vid R = 0,7 och 7200 s hålltid. Efter 72 h vid 3 ppb hade ingen tillväxt uppmätts i något av proven och cykling vid 0,001 Hz följt av PPU startades för konstant K-positionerna. God respons på cyklingen erhölls för alla positioner utom position 7 (K = 50 MPa $\sqrt{m}$ ) där tillväxten var kontinuerlig men långsam. Då cyklingen slutförts fortsatte tillväxten endast för position 3 (K = 50 MPa $\sqrt{m}$ ) med  $6,1\times10^{-7}$  mm/s och position 5 (K = 70 MPa $\sqrt{m}$ ) med  $6,9\times10^{-7}$  mm/s. Efter 118 h respektive 84 h avstannade tillväxten snabbt.

Beslut togs att fortsätta vid konstant K och starta en kloridtransient på 8 ppb, med förväntningen att några provstavar inom ett par dagar skulle börja tillväxa med en klart högre hastighet. Ingen av provstavarna vid konstant K visade dock någon initiering eller accelererande tillväxt och den sakta tillväxt som i position 3 fortsatt med  $2 \times 10^{-8}$  mm/s från 3 ppb klorid, avstannade 100 h in i 8 ppb-

transienten. För positionerna med PPU, position (4 och 8) initierades tillväxt i position 4 efter 57 h med snabb tillväxthastighet som sedan varierade mellan en högre och en lägre tillväxthastighet under alla efterföljande provningssteg. En svag koppling mellan den högre tillväxthastigheten och doseringen av klorider noteras, men denna kan lika gärna höra samman med det ökande K som den ojämna sprickfronten inneburit. Efter 260 h vid 8 ppb klorid utan initiering av tillväxt valdes mellan att initiera tillväxt med dynamisk last eller öka kloridhalten ytterligare. Eftersom studiens huvudsyfte var att studera inverkan av kloridtransienter på stillastående eller mycket sakta tillväxande sprickor utan dynamiska laster, valdes det att 647 h in i provningen öka kloridhalten till 18 ppb. Efter ytterligare 72 h utan initiering i någon position ändrades, för att säkerställa hög ECP, syrehalten från 1 ppm till 2 ppm. Det ökade ECP med cirka 10 mV, ett bevis för att syrehalten redan var fullt tillräcklig. För att studera eventuell inverkan av högre syrehalt lämnades position 1-4 som tidigare, medan spricktillväxt initierades i position 5-8 genom dynamisk last. 5 cykler PPU vid R = 0,6 gav tillväxt som sedan fortsatte efter att cyklingen avslutats med tillväxthastigheter vid konstant K på 1,4-5,5×10<sup>-6</sup> mm/s i 64-228 h, se tabell 11. I position 5 upphörde spricktillväxten efter 115 till synes helt i cirka 15 h för att sedan ta kraftig fart igen. Position 6 och 7 lämnades i mer än 50 h efter att spricktillväxten upphört för att se om tillväxten åter ökade, men då det ej skedde så kördes ytterligare en serie med PPU. I position 6 gav det efter återgång till konstant K ingen ytterligare tillväxt, men i position 7 avtog tillväxthastigheten då cyklingen avslutades för att därefter åter öka i hastighet.

Spricktillväxten i position 8 med PPU (K = 60 MPa $\sqrt{m}$ ) tog också fart av 5 cykler med sänkt Rvärde på 0,6 och kortare hålltid, för att sedan fortsätta tillväxa när R ökats till det tidigare R = 0,7. Spricktillväxten fortsatte sedan resten av provningen och tillväxthastigheten förefaller precis som andra provstaven (K = 50 MPa $\sqrt{m}$ ) och PPU att ha en viss koppling till förändringarna i kloriddosering.

För position 1-3 vid konstant K resulterade den ökade syrehalten inte i initiering vid 18 ppb och därför startades efter 70 h 5 cykler PPU. För position 3 gav cyklingen snabb tillväxt som upphörde då konstant K återinfördes. Ytterligare 5 cykler PPU kördes därför med lägre tillväxt som respons på cyklingen och ingen tillväxt vid konstant K. Samma serier PPU gav minimal respons för position 1 och 2 varför cykling vid 0,001 Hz följt av 5 cykler PPU startades. Tillväxt initierades efter en 5 h inkubationstid. Tillväxten upphörde dock för alla tre positionerna då cyklingen avslutats.

Efter 312 h provning vid 18 ppb ökades kloridhalten till 90 ppb (959 h in i provningen). I position 5 och 7 (konstant K = 70 MPa $\sqrt{m}$  resp. 50 MPa $\sqrt{m}$ ) som tillväxte innan kloridökningen, ökade tillväxthastigheten i position 7 vid övergång till 90 ppb, för att sedan sakta avta igen. Position 5 reagerade inte alls på kloridspiken utan fortsatte att tillväxa med svagt avtagande hastighet med  $6,8 \times 10^{-6}$  mm/s medelhastighet. I samband med kloridökningen startades 5 cykler PPU för övriga konstant K-prover eftersom de inte tillväxte mätbart innan kloridökningen. Position 1, 2 och 3 tillväxte under cykling men tillväxten upphörde fort då den dynamiska lasten upphörde. PPU repeterades med samma utfall. Position 6 tillväxte efter avslutad PPU sakta med  $1,6 \times 10^{-7}$  mm/s och efter 39 h ökade den till  $6,0 \times 10^{-6}$  mm/s med ett sakta avtagande beteende.

Efter 72 h vid 90 ppb klorid sänktes kloridhalten till 18 ppb i 28 h, följt av ren miljö i 36 h. Tillväxande positioner uppvisade en sakta avtagande tillväxthastighet, medan position 1 och 2 som startas om med PPU och bedömdes spricka mycket sakta inte uppvisade någon ytterligare tillväxt. Position 3 uppvisade ingen tillväxt vid konstant K och kördes därför resterande provning med PPU och 3000 s hålltid. Spricktillväxthastigheten var då konstant och oberoende av minskande kloridhalter.

För de cykliskt belastade proverna, position 4 och 8 (K = 50 MPa $\sqrt{m}$  resp. 60 MPa $\sqrt{m}$ ) ökade tillväxthastigheten när 90 ppb klorid introducerades och den högsta tillväxthastigheten för respektive provstav under provningen uppmättes i intervallet. När sedan 90 ppb kloridspiken

avslutades efter 72 h sänktes kloridhalten till 18 ppb i 28 h, följt av ren miljö i 36 h. Under dessa perioder uppmättes en sakta avtagande CGR för båda proverna.

| 02  | kloridhalt | К     | CGR      | tillväxt | Position |
|-----|------------|-------|----------|----------|----------|
| ppm | ppb        | MPa/m | mm/s     | timmar   | #        |
| 1   | 0          | 70    | 2.78E-08 | 48       | 1        |
| 1   | 3          | 73    | 6.90E-07 | 84       | 5        |
| 1   | 3          | 50    | 6.10E-07 | 118      | 3        |
| 1   | 8          | 50    | 2.00E-08 | 100      | 3        |
| 2   | 18         | 73    | 1.40E-06 | 228      | 5        |
| 2   | 18         | 64    | 5.50E-06 | 120      | 6        |
| 2   | 18         | 60    | 1.90E-08 | 58       | 6        |
| 2   | 18         | 50    | 3.96E-06 | 64       | 7        |
| 2   | 18         | 50    | 5.60E-09 | 159      | 7        |
| 2   | 90         | 66    | 1.58E-07 | 39       | 6        |
| 2   | 90         | 66    | 6.00E-06 | 24       | 6        |
| 2   | 90         | 50    | 4.32E-06 | 74       | 7        |
| 2   | 90         | 60    | 1.00E-07 | kort     | 2        |
| 2   | 18         | 70    | 4.90E-08 | 27       | 5        |
| 2   | 18         | 67    | 1.80E-06 | 27       | 6        |
| 2   | 18         | 50    | 3.42E-07 | 27       | 7        |
| 2   | 0          | 67    | 2.50E-07 | 46       | 6        |
| 2   | 0          | 50    | 2.52E-07 | 46       | 7        |

 Tabell 11
 Sammanställning av korrigerade spricktillväxthastigheter vid konstant K.

#### 4.3. Fraktografi

I bilaga H redovisas resultatet från den fraktografiska undersökningen med LOM-bilder, tabeller och plottar på uppmätta spricklängder. I bilaga I presenteras SEM-kollage av brottytorna och i vissa fall detaljbilder från dessa.

Fraktografin visar att förutmattningarna genererade raka sprickfronter med en spricklängd som överensstämde med den uppmätta från DCPD. Även initial spricktillväxt vid autoklavprovning, med cykling i miljö gav rak tillväxt.

Miljötillväxt genom SCC resulterade i ojämna spricktillväxt och i slutet på provningen var flertalet sprickfronter kraftigt tumnagelformade, antingen i mitten eller förskjutet åt någon av kanterna. Spricktillväxten närmast sidospåren var dock alltid lägre än något längre in i proverna.

Ett exempel ges i figur 10 som återger CT-10. Provstaven kördes i position 6 vid K = 60 MPa $\sqrt{m}$ . Spricktillväxten har skett uppåt i bilden. Längst ner syns notchen följt av förutmattningssprickan med två distinkta områden. Ett mörkare närmast miljösprickan med reducerande förhållanden, och ett ljusgrått med oxiderande förhållanden. Notera att den är asymmetrisk på grund av den

asymmetriska tillväxten och den relativt öppna sprickan i CT-provet som tillåter utbyte med omgivningen. Det finns även svagare linjer på olika avstånd från sprickan som tyder på att storleken varierat under provningen. Detta sker som en konsekvens av ökande respektive minskande spricktillväxthastighet, dvs. konsumtionen av syre varierar. De reducerande förhållandena upphör efter ett tag om spricktillväxten upphör, vilket reducerar drivkraften för spricktillväxt. Det råder också oxiderande förhållanden längs kanterna på provet nära sidospåren, vilket syns på de ljusgråa områdena längs kanterna på förutmattningssprickan och delvis miljösprickan. Därmed skiljer såväl sprickkemi som mekaniskt tillstånd (treaxlighet) vid kanten på provet.



Figur 10: Översikt över brottytan på CT 10, autoklavpositon 6 (K = 60 MPa $\sqrt{m}$ , R = 1).

### 5. Diskussion

I en BWR vid NWC-drift är halten syre i vattnet i anslutning till tankväggen klart under 500 ppb och flödeshastigheten är hög. Autoklavförsök genomförs å andra sidan generellt vid högre syrehalt, men dekader lägre flödeshastighet.

Litteraturdata avseende SCC på LAS i NWC-miljö som finns redovisade från olika autoklavförsök har i de flesta fall tagits fram vid 2 eller 8 ppm, men även några serier är gjorda vid 400 ppb.

På rostfritt stål och nickelbaser har de *hårda data* som Studsvik tagit fram, och som till stor del ligger till grund för spricktillväxtlagarna i MD-01 [15], utförts vid 500 ppb O<sub>2</sub>. Ett konservativt val som inte introducerar onödig överkonservatism och som baseras på flertal provningar som är genomförda för att studera inverkan av syre och väteperoxid. Något förenklat är slutsatsen att hög ECP är ett bra kvitto på relevanta förhållanden.

Ur allmänkorrosions- eller elektrokemiskt perspektiv är en av huvudskillnaderna mellan rostfritt stål och LAS stabiliteten på den ytoxid som bildas. På LAS passiveras inte ytan lika väl som på rostfritt stål, vilket ger en högre korrosionsström  $I_{corr}$  på LAS. Med hjälp av den beräkningsmodell som tagits fram av Ullberg inom K103 [ex. 14] kan LAS högre  $I_{corr}$  inverkan på ECP vid olika syrehalter och flödeshastigheter beräknas, se Figur 11.

Tre olika fall har inkluderats i kurvan. Blå kurva är rostfritt stål i autoklav, dvs. vid flödesförhållanden representativa för Studsviks autoklaver. Den visar att man kan gå ganska långt ner i O2-halt utan att riskera att falla ner på låga ECP. För LAS i kärnkraftverk, grön kurva, gäller på grund av den höga flödeshastighet liknande förutsättningar. För LAS i autoklav förflyttas dock övergången mellan hög och låg ECP mot mycket högre syrehalter. Orsaken är att för LAS räcker inte den låga flödeshastigheten för att ersätta det syre som förbrukas nära ytan, med lägre potential som följd.



Figur 11: Inverkan av I<sub>corr</sub> på ECP för rostfritt respektive LAS med avseende på känslighet för O2, och flödeshastighet.

På grund av osäkerheter för bland annat flödeshastighet och  $I_{corr}$  kan siffrorna i beräkningen inte användas blint, utan uppmätt ECP var parameterns som togs störst hänsyn till under provningen. Vid provning så föroxiderades proverna vid 2 ppm  $O_2$  följt av sänkning till 500 ppb  $O_2$ . ECP föll då endast 50 mV vilket indikerar en fortsatt tillräcklig halt O2, se Figur 12. På grund av att ECP sedan fortsatte att sakta falla, följt av ökande divergens i ECP-signalen som kopplar överhörning från DCPD-mätningen och svårigheten att få stabil tillväxt, ökades O2-halten efter 500 h vid 500 ppb till 1000 ppb. ECP ökade då med cirka 20 mV och divergensen minskade något.

Bakgrunden till den provningsmetodik som generellt används vid autoklavförsök på Studsvik och som använts även i detta försök diskuteras i större detalj i [16]. Där utvecklas ytterligare motiven att ECP är den viktigaste parametern vid dosering av syre eller vätgas för säkerställande av en relevant NWC- respektive HWC-miljö.



Figur 12: ECP (ej justerat till SHE) och konduktivitet på in och utlopp från autoklaven under delprovning 1.

Som nämndes i inledningen så gjordes i samband med upptäckten av SCC i Alloy 182-buttring vid moderatortankens stödben i Forsmark uppmätning och beräkning [7, 8] som visar att spänningsintensitetsfaktorn K i tankstålet strax under buttring/cladding kan nå höga nivåer (80-90 MPa $\sqrt{m}$ ). I BWRVIP-233 anges kurvorna upp till 120 MPa $\sqrt{m}$ , men data vid höga K är fåtaliga. Vidare konstateras att dispositionslinjerna inte anses vara relevanta över K = 70 MPa $\sqrt{m}$  och vid normala förhållanden begränsas K i en spricka till maximalt 70 MPa $\sqrt{m}$  enligt ASME sektion XI. Därmed anses högre K-värden inte vara av praktisk betydelse för den som följer ASME.

I denna provning valdes K i intervallet 50-70 MPa√m dels för där ännu saknades relevanta data, men även eftersom det i så fall krävts större provstavar och därmed högre lastkapacitet i dragtåget än multiprovsautoklaverna tål, se figur 13. För att få rimlig statistik och kunna jämföra med de konservativa försök som gjorts med högsvavel-material bedömdes det därmed vara viktigare att få en stor datamängd än att provade absolut högsta K-nivåerna.



Figur 13 Maximalt K vid 288 °C som funktion av spricklängd. Kurvan representerar prov 1 eller 5 med K = 70 MPa√m.

Från spricklängd på position 4 och 8 med periodisk avlastning går det vid spricktillväxt tydligt att urskilja en periodicitet med 2 h cykeltid i DCPD-signalen, samma tid som lastcykeln med 1 + 1 minut avlastning + pålastning, följt av 2 h hålltid. Spricktillväxten accelereras av cyklingen, följt av en kontinuerligt avtagande tillväxthastighet under hålltiden, se Figur 14. Notera att effekten av lastcyklingen på DCPD (spricklängd) endast framträder då sprickan tillväxer, ett bevis för att variationerna inte orsakas av spänningstillståndets inverkan på resistiviteten.



Figur 14: Spricktillväxt vid PPU-last för position 4 i provningen. Effekt av dynamisk last.

När provningen går över till konstant K, respektive R = 0.7 för position 4, 8, fortsätter spricktillväxten då i vissa fall. Om tillväxten upphör så fortsätter provningen vid konstant K för att

se om tillväxten efter en inkubationstid startar. Om tillväxt ej kommer igång efter en längre tid så kan korrosionen ha skapat en trubbig sprickspets och då körs åter steg x och y för att skapa en ny tillväxande vass spricka. Även sprickans kemi beror av spricktillväxthastigheten eftersom tillgängliga MnS, och därigenom svavelhalten i sprickkemin beror av hur fort sprickan tillväxer. En lägre svavelhalt innebär därmed lägre sannolikhet för att en MnS ska träffas av den tillväxande sprickan och därmed mindre jämn sprickning och högre sannolikhet för sprickstopp.

För att spricktillväxten skall fortgå krävs normalt en positiv töjningshastighet i sprickspetsen, vilket normalt sammanfaller med dynamisk last, se till exempel position 4, bilaga G figur 47. Den längsta spricktillväxtperiod som erhölls vid konstant K skedde i position 5 (70 MPa $\sqrt{m}$ ) vid 18 ppb klorid, se Figur 15. Efter initiering med 5 cykler periodisk avlastning så tillväxte provet kontinuerligt med 2,2×10<sup>-6</sup> mm/s i 228 h. Därefter avtog spricktillväxten snabbt till < 5×10<sup>-8</sup> mm/s. Efter 32 h till synes stillastående spricka, ökade åter tillväxten till 2,8×10<sup>-6</sup> mm/s innan den avtog igen till medelhastighet på 1,6×10<sup>-7</sup> mm/s. Dessa varierande spricktillväxthastighet hänger samman med tillgången på MnS i materialet samt andra mikrostrukturella variationer. Spricktillväxten sker med solfjäderformade lokala tillväxtzoner.



Figur 15: Spricktillväxt vid konstant K och 18 ppb klorid, prov 5.

En av avsikterna med provningen var att studera aktiveringstid och hur lång tid som sprickan tillväxte efter sänkning av Cl-halt, men eftersom materialet relativt litteraturdata var mindre sprickkänsligt så initierade inte SCC-tillväxt av enbart förhöjd kloridhalt. För att initiera tillväxt krävdes dynamisk last i form av cykling. Om kontinuerlig cykling infördes så propagerade sprickan, se t.ex. position 6 kring 900 h i figur 16. Cykling med hålltid var inte alltid tillräckligt för att initiera mätbar spricktillväxt, men kunde i några fall bryta upp oxiden tillräckligt för att efter inkubationstid på någon timme, upp till 40 h för att initiera SCC-tillväxt, se position 8 vid 1000 h i figur 17. Position 5 lämnades utan cykling och tillväxthastigheten förändrades inte med kloridhalten. Sprickspetsen blir trubbig av korrosionen och utan mekanisk last som bryter upp oxiden så stannar sprickan. Inte ens dosering av 90 ppb klorid genererade ökad spricktillväxthastighet.


Figur 16: Spricktillväxt vid 18 och 90 ppb klorid för position 5 och 6.

Figur 17: Initiering och tillväxt vid 18 ppb klorid i provposition 8.



I litteraturen har några olika studier presenterat resultat kring tid till aktivering kontra sprickstopp efter avslutad transient. Litteratur indikerat ganska stor spridning mellan initieringstider. En sammanställning av initieringstider från [2], Figur 18, visar typiskt på mellan 0 och 50 h, samt något kortare tider till sprickstopp. Resultaten överensstämmer relativt väl med de fåtaliga resultaten i denna studie.

Vidare är effekten av kloridhalt på initieringstid begränsad, vilket stämmer med våra resultat. Den ökande tid till initiering med ökande K som kan uppfattas i graferna gäller endast 20 ppbresultaten och är ej noterat i andra studier. Det som framkommit vid diskussioner med bland annat Xiauyuan Liu är att många försök har gjorts som inte genererat någon tillväxt och därför inte inkluderas i varken Figur 18 eller spricktillväxtdata som BWRVIP-233. Generellt har flera charger provats och endast ett fåtal varit känsliga. Flertalet data är sedan framtagna från dessa extra känsliga charger.

Figur 18: Tid till initiering och sprickstopp från [2].



Även spricktillväxt var svår att upprätthålla vid konstant K så erhölls några datapunkter. Dessa data finns plottade i Figur 19 tillsammans med de tillväxtkurvor som inkluderas i BWRVIP-233 rev.2 Alla tillväxthastigheterna ligger långt under de hastigheter som anges för respektive svavel och kloridhalt. Hastigheterna kan jämföras med de uppmätta från GE och PSI [1,2,9] för låga kloridhalter, Figur 20, och högre kloridhalter, Figur 21.



Figur 19: Spricktillväxthastigheter från detta försök vid konstant K.



Figur 20: Spricktillväxthastigheter i intervallet 3-5 ppb från GE och PSI [1,2,9].





Spricktillväxthastigheterna från förutmattningen tillsammans med exempel på cykliska data från autoklavprovningen visas i Figur 22. Spricktillväxthastigheterna vid förutmattning är utförda vid 2-5 Hz. Data följer ett linjärt samband i log-log-skala (Paris lag da/dN = C\* $\Delta$ K<sup>m</sup>), medan utmattningsdata i miljö från K = 50 och 70 MPa $\sqrt{m}$ ) ligger cirka 10 gånger högre i hastighet och med en mindre tydlig korrelation mellan  $\Delta$ K och tillväxthastighet, vilket härrör från miljöbidraget till tillväxten



Figur 22: Spricktillväxthastigheter vid förutmattning utförd vid RT i luft, samt vid spricktillväxthastighet från förutmattningen utförd vid RT i luft.

Intressant är att i jämförelsen mellan olika material så noteras följande som påverkar den typiska känsligheten.

- Såväl GE som PSI har provat flertalet plåtar och många har valts bort på grund av dess svårighet att erhålla tillväxt. Provning sker i princip uteslutande på *känsliga material*.
- Resultaten som publicerats presenterar uteslutande de prover d\u00e4r SCC initierats och i m\u00e5nga prover tillv\u00e4xer inte sprickan, ibland har upprepade f\u00f6rs\u00f6k med dynamisk last och t\u00f6jningsdriven sp\u00e4nningskorrosion utf\u00f6rts f\u00f6r att initiera tillv\u00e4xt
- Vissa prover har initierat efter många hundra timmar provning vid hög kloridhalt, vilket visserligen är intressant, men kan vara missvisande för anläggningar som följer EPRI chemistry guidelines och endast tillåter mycket korta kloridtransienter.
- Spricktillväxten är mycket ojämn, med solfjäderformad tillväxt i såväl detta försök som litteraturdata vilket inverkar på precisionen vid bestämning av spricklängd, spricktillväxthastighet och K. Ojämn tillväxt förefaller också vara kraftigare i stora provstavar än i små, med såväl mekaniska som elektrokemiska bidragande orsaker.
- Som nämndes i inledningen så har EPRI föreslagit att omräkningsfaktorer skall appliceras på data från autoklavförsök [9]. Dessa tar hänsyn till antalet pålastningar och reducerar medeltillväxthastigheten för det begränsade antal cykler som gäller vid reaktordrift, vilket stämmer väl med resultaten från denna studie. EPRI föreslår att det främst gäller för tillväxthastigheter i ren miljö och för mycket låga kontaminantkoncentrationer, men utifrån resultaten i denna studie är det för aktuellt material även applicerbart vid höga kloridhalter.

## 6. Slutsatser

Projektets syfte var att studera spänningskorrosionstillväxt i reaktortankstål med medelhög svavelhalt i BWR-NWC-miljö och fokus på att vid höga K (intervallet 50–70 MPa√m) studera effekten av olika halter klorider, samt kloridspikar.

Spricktillväxtmätning har genomförts på 37,5 mm CT-prov av tryckkärlsplåt ASTM A. 533 B Cl 1 i simulerad BWR-miljö och kloridtransienter. Åtta prov testades med aktiv belastning och dubbelprov vid konstant K = 50, 60 och 70 MPa $\sqrt{m}$  samt enkelprov med periodisk avlastning med hålltid vid 50 och 60 MPa $\sqrt{m}$ .

Provningen visade följande:

- Spänningskorrosionsspricktillväxt i ren miljö erhölls endast med dynamisk last (cykling)
- Vid förhöjda kloridhalter erhölls vid ett fåtal tillfällen fortsatt tillväxt vid konstant Kförhållanden, som mest i 228h, men det är främst vid dynamisk last som spricktillväxt erhölls
- Tillväxthastigheten vid konstant K var kontinuerligt avtagande följt av ett tydlig spricktillväxtstopp
- Några tydliga skillnader mellan de olika kloridhalterna gick inte att se
- Uppmätta tillväxthastigheter var alla under de tillväxtkurvor som föreslagits i BWRVIP-233 rev.2
- Vid några tillfällen initierades tillväxt efter en inkubationstid, på upp till 40 h. Någon koppling till kloridhalten gick inte att se. En inkubationstid vid reduktion av kloridhalten i vattnet kunde inte mätas eftersom tillväxt upphörde under pågående kloridtransient.

Utifrån resultaten kan konstateras att plåten uppvisat ett högt motstånd mot spricktillväxt i såväl ren miljö som med kloridtransienter av anläggningsrelevant längd och att dynamisk last är den främsta drivern för spricktillväxt.

Vid några tillfällen initierades tillväxt efter en inkubationstid. De observerade inkubationstiderna var upp till 40 h. Det gick inte att se någon koppling mellan inkubationstiden och kloridhalten. Eftersom tillväxt upphörde även vid höga kloridhalter kan inga slutsatser dras om inkubationstiden vid reduktion av kloridhalten i vattnet.

Vidare konstateras lokaliserad spricktillväxt och svårigheten att bibehålla tillväxt som kan kopplas till begränsad tillgång på MnS i sprickan.

Resultaten i studien stödjer därmed slutsatserna i BWRVIP-233 rev.2 avseende såväl tillräckliga marginaler i föreslagna tillväxtkurvor, som förslaget att applicera omräkningsfaktorer som genom att ta hänsyn till antalet pålastningar i autoklavförsök kontra vid reaktordrift reducerar ansatt medeltillväxthastighet i reaktorn.

# 7. Erkännanden

Författaren vill tacka samtliga personer som på olika sätt bidragit till denna provning, speciellt tack till

- Peter Ekström, Elena Calota SSM och Björn Forssgren Ringhals AB som varit kontaktpersoner för projektet.
- SSM som finansierat projektet och MG som bidragit med materialet.
- Jari Syrjänen, Joakim Johansson och Peter Gillén Studsvik Nuclear AB för experimentella insatser i projektet.
- Johan Stjärnsäter och Anders Jenssen som bidragit med givande diskussioner och stöd i utvärderingen av resultaten.
- Henrik Nilsson, Michael Jacobsson Studsvik Nuclear AB och Hans Bergqvist Swerim för mikroskopin.
- Irene Linares Arregui institutionen för hållfasthetslära på KTH för utförd dragprovning.

## 8. Referenser

- 1. H.P. Seifert, S. Ritter, *The influence of ppb levels of chloride impurities on the stress corrosion crack growth behavior of low-alloy steels under simulated boiling water reactor conditions*, Corrosion Science, 108 (2016) 148–159
- Lou X., Pathania R., Effect of Chloride Transients on Crack Growth Rates in Low Alloy Steels in BWR Environments. Proceeding of the 18th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Systems –Water Reactors, TMS, Portland, Oregon, USA, August 13–17, 2017, pp. 433-445.
- BWRVIP-190 Revision 1: BWR Vessel and Internals Project, BWR Water Chemistry Guidelines—2014 Revision. EPRI, Palo Alto, CA: 2014. 3002002623.
- 4. BWRVIP Letter 2016-123, "Transmittal of Interim Guidance for BWRVIP Water Chemistry Guidelines," November 2, 2016.
- 5. Konsta Sipilä, Martin Bojinov, Essi Jäppinen, Wolfgang Mayinger, Timo Saario, Maxim Selektor, Localized corrosion of pressure vessel steel in a boiling water reactor cladding flaw modeling of electrochemical condi-tions and dedicated experiments, Electrochimica Acta, Volume 241, 2017, Pages 10-27, ISSN 0013-4686
- Kumagai, M. Morra, P.L. Andresen, G. Catlin, L. Nelson, S. Suzuki, Y. Takagi, R. Horn, *Effects of K and anion impurity concentration on crack growth kinetics near alloy* 182/A533B weld overlay boundaries in BWRs, 14th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Systems –Water Reactors, NACE/TMS/ANS, Virginia Beach, Virginia, USA, August 23–27, 2009.
- M. Bjurman, D. Jädernäs, K. Kese, A. Jenssen, J. Chen, M. Cocco and H. Johansson, *Root Cause Analysis of Cracking in Alloy 182 BWR Core Shroud Support Leg Cracks*, Proceeding of the 18th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Systems –Water Reactors, TMS, Portland, Oregon, USA, August 13– 17, 2017.
- Bremberg D, Gunnars J, Bonnaud E, Edling L, Kingston E. Residual Stresses in Alloy 182 PWHT Buttering and Attachment Weld: Validation by Modeling and Measurements of a Full Scale Mockup. ASME. Pressure Vessels and Piping Conference, Volume 6B: Materials and Fabrication ():V06BT06A073. doi:10.1115/PVP2014-28965.
- BWRVIP-233, Revision 2: BWR Vessel and Internals Project: Updated Evaluation of Stress Corrosion Crack Growth in Low Alloy Steel Vessel Materials in the BWR Environment. EPRI, Palo Alto, CA: 2018. 3002013026.
- König, M. (2010). Spricktillväxtmätning i sensibiliserat rostfritt stål Type 304 i simulerad BWR-miljö vid höga spänningsintensitetsfaktorer, Studsvik Nuclear AB, (STUDSVIK/N-09/091).
- 11. Stjärnsäter, J. (2011). Inverkan av varm- respektive kalldeformation på IGSCC i rostfritt stål i simulerad BWR-miljö, Studsvik Nuclear AB, (STUDSVIK/N-11/194).
- 12. Stjärnsäter, J (2011). Kornstorlekens inverkan på spricktillväxthastigheten i rostfritt stål av typ 316L i simulerad BWR-miljö (STUDSVIK/N-11/096).
- 13. Lidar, P. (1993). Crack growth rate and strain measurements by AC and DC potential drop techniques. Studsvik Material AB, Sverige. (STUDSVIK/M 93/38)
- 14. Ullberg, M (2006). Kompletteringar av virtuella ECP-laboratoriet (STUDVIK/N-06/029).
- Jansson, C, Materialdatabok MD-01 revision 3 Spänningskorrosionstillväxt i BWR-miljö, (T-SEK 41/99).
- 16. Öijerholm, J., Simulering av BWR normalvattenkemi En sammanställning av utförda miljösimuleringar och rekommendationer för autoklavförsök, SSM 2021:25

# Bilaga A - Materialintyg

|   | Castina               | tion                                     |                      |                      | Customer   |              |            | Customer Defer       | - martin         |                     |
|---|-----------------------|--|----------------------|----------------------|------------|--------------|------------|----------------------|------------------|---------------------|
|   |                       | an a |                      | birdin               | OHB        |              |            | 0882 dated 21/5/70   | 6                | 364                 |
| i Plate   |                       | Sto N                                    | - Nr                 | 55 224-1             |            |              |            |                      | Muenu<br>A 533 3 | 61.1                |
| Treatment on pl   | 879                   | Quenched                                 | and tempered         |                      |            |              |            |                      |                  |                     |
| Treatment on te   | st to 300             | t stress<br>•5 and sir                   | relieving 62         | O°C-40hours          | -heating   | rate and c   | ooling r   | ate 50°C/nour from . | 500°C to         | 620°C and from 620° |
| Conditions of pe  | sition of test        | 1/h. this                                | ckness - char        | py V notch           | with the   | notch // t   | o plate a  | surface              |                  |                     |
| Test  | Direction             | Dimentions                               | Y.P.                 | F U.T.S.             | Elong. %   | Reduction of | Dimentions | Charpy V An kgm      |                  |                     |
| number  | Test                  | before rupture                           | kg/mm2               | kg/mm2               | Ziran      | Brea         | rupture    | at - 15°C            |                  |                     |
| Specification, Lie  | ntroum ter<br>mt 300% | mperaturo<br>C                           | > 35,2<br>> 31,2     | 56,2/70,             | sesurge    | TO OBT.      | AIN        | > 4,2 average        |                  |                     |
| Spucfication of   | rder spé              | cification                               |                      |                      | _          |              |            | (transvers for ini   | ormation         | C                   |
|   |                       |  |                      | -                    | REBULTS    | OBTAIN       | ED         |                      |                  | averare             |
| TOP   | Long<br>Long          | 12.7<br>12.7<br>at 300°C                 | 44,2<br>45,8<br>37,4 | 60,0<br>60,0<br>55,0 | 29,0       |              | 2,8        |                      |                  |                     |
|   | long trans.           | charpy V.                                |                      | 1480                 |            |              |            | 8,4-5,5-9,4          |                  | 2,26                |
| BOLTOM  | Long .                | 12.7                                     | 45,0                 | 60.09                | 30.0       |              | 7.5        |                      |                  |                     |
|   | Long                  | at 300°C<br>at 300°C<br>charpy V.        | 38.2                 | 55.2                 |            |              |            | 2,4-10-4-3           |                  | 7,36                |
| the second se | Crans.                | charpy V.                                | C Mn                 | 31 1                 | 1 Cr       | Mo           | 10         | 4,8-5,2-5,1 Sn       | Co               | 5,36.               |
| Check analy   | TOP 101               |  | 0.195 1.36           | 0.275 0.6            | 00 0,120   | 0.525        | 110,0      | 0.010 0.110 0.01     | 2 0,02           | - Artenet-Fres      |
|   | lou                   | CON                                      | 0,185. 1.35          | 0.275 0.6            | 00, 0, 130 | 0,505        | 0,011      | 0,010 0,110 0,01     | 9 0,02           | 1 dente V. zur 14   |
| Rive-de-Gier  | 11.12.70              | 1  | Tested in pres       | ance of Mr. C.C.     | 1. 200     | al te        | and the    | A LUNDSTROM Fror S   | Slik             | NON DIA NON         |

# Bilaga B - Kemiskt analys



Report Confidential

### Analysis of metal piece

2018-12-20

Investigator: David Malmström David Malmstrom@swerim se, 070-305 40 45 Department: Material analysis and process monitoring Our reference no: K-18052

Your reference: Martin Bjurman Company: Studsvik Nuclear AB, 611 82 Nyköping



#### C Sweim

#### Date:

#### 2018-12-20

Investigator: David Malmström Our reference no: K-18052 Approved by:

2014-12-20

X

Your reference: Martin Bjurman. Your order number: Martin Bjurman, P/N 212569 David Mainstrict n, Ph.D. Nanaachar, Consulting & Salas Support Social By Cavid Walanthin

## Analysis of metal piece

#### Conclusion

A piece of metal was analyzed with XRF and thermal combustion. The carbon content was determined to be 1828.4 ppm and Sulphur 88.8 ppm.

## Table of contents

| 1 | Invest | Investigation                      |   |  |  |  |
|---|--------|------------------------------------|---|--|--|--|
|   | 1.1    | XRF                                | 1 |  |  |  |
|   | 1.2    | Carbon and Sulphur determination   |   |  |  |  |
| 2 | Resul  | Its                                |   |  |  |  |
|   | 2.1    | Results for C and S by LECO CS 225 | 3 |  |  |  |
|   | 2.2    | Results from XRF analysis          | 3 |  |  |  |

## 1 Investigation

#### 1.1 XRF

XRF is an acronym for x-ray fluorescence, a process whereby electrons are displaced from their atomic orbital positions, releasing a burst of energy that is characteristic of a specific element. This resulting energy is then registered by the detector inside the XRF instrument giving information of element present and in what concentration. The entire analysis is made in about 20 seconds per sample including several repeated measurements for better statistics (e.g. repeatability)



Figure 1. Schematic picture of a handheld XRF instrument

Sweetin AD Bio 7047 isaljordagatan 20 A. Phone véč (0)8 véč 45 00 isčeljeveniu se SE-164 07 Klata, Siendan SE-164 in Klata, Sweden Talebar véč (0)8 véč 45 15 vore menim se The analysis is described in the following five sections:

- Inside an x-ray tube an x-ray beam with enough energy to affect electrons in their inner shells of atoms, from a sample, is created. The x-ray beam is emitted from the front end of the handheld instrument (Figure 1).
- 2 The beam is then interacting with the atoms in the sample by displacing electrons from the inner orbital shells of the atom. This displacement occurs because of the difference in energy between the primary x-ray beam emitted from the analyzer and the binding energy that holds electrons in their proper orbits, i.e. the displacement happens when the x-ray beam energy is higher than the binding energy of the electrons with which it interacts. Since electrons are fixed at specific energies in their positions in an atom; and that the spacing between the orbital shells of an atom is unique, one can distinguish each element in the sample from each other.
- 3. When electrons are knocked out of their orbit, they leave vacancies behind making the atom unstable. The atom must therefore immediately correct the instability by filling the vacancy by electrons from higher orbits - giving rise to fluorescence.
- 4 The further an electron is from the nucleus of an atom the higher binding energy it gets. Therefore will an electron lose energy when it drops from a higher shell to a lower one. The amount of lost energy is equivalent to the difference in energy between the two electron shells, and thereby also the distance between the two orbital shells hence unique as previously described.
- 5. With the uniqueness of the energy lost one can identify the element from which it emanates. The individual fluorescent energies detected are specific to the elements that are present in the sample. In order to determine the quantity if each element present, the proportion in which the individual energies appear can be calculated by the instrument based on reference samples. Otherwise, the relative concentration between two samples could be utilized.

In the present study a handheld XRF from Oxford Instruments was used (X-MET5100). Data was later processed and visualized in Microsoft Office Excel 2010 (version 14.0.7214.5000).

#### 1.2 Carbon and Sulphur determination

Carbon and Sulphur were determined using induction furnace combustion via a LECO CS 235 instrument. The delivered sample was cut into four pieces where each piece hade a weight of 1.4 g.

Swerin AD Dos 7047 SE-164 07 Kista Swe

atributer Disector Tel

Thinks ridt (C)d ridt 45.00 Telefer ridt (C)d 440.45.20

a Property and

### 2 Results

#### 2.1 Results for C and S by LECO CS 225

Table 1. Results from the carbon and suphur determination

| Sample     | No | C (ppm) | S (ppm) |
|------------|----|---------|---------|
|            | 2  | 1818.0  | 65,6    |
|            | 3  | 1351.0  | 79.1    |
|            | 10 | 1826.0  | 86.2    |
|            | 11 | 1825.0  | 91.3    |
|            | 12 | 1839.0  | 94.4    |
|            | 13 | 1834.0  | 93.0    |
| Mean value |    | 1828.4  | 88.8    |
| Stdey      |    | 8.2     | 6.2     |
| Stdev%     |    | 0.4     | 7.0     |

#### 2.2 Results from XRF analysis

Table 2. Results from XRF measurement

| Analyte | Concentration |
|---------|---------------|
| si      | 0.00          |
| P       | 0.03          |
| 5       | 0.04          |
| ¥.      | 0.01          |
| Cr      | 0.11          |
| Mn      | 1.23          |
| Fe      | 96.72         |
| Ni      | 0,34          |
| CU      | 0.10          |
| ND      | 0.01          |
| Mo      | 0.48          |
| W       | 0.00          |

Swerin AD Doi 7047 SIC-164 07 Kits, Swidon

Metersegatan 20 A SE-164 40 Kikis Dweden

Phone Held (0)8 440 43 00 Telefax Held (0)8 440 45 35 sufficient and suffic

Bilaga C - Ritning CT-prov





# Bilaga D - Förutmattning

 Tabell D12:
 Förutmattningsprocedur för förutmattning i luft vid RT för CT-3-10.

| Steg | K <sub>max</sub><br>MPa⊡m | R-<br>värde | ⊡a (mm) | a <sub>end</sub><br>(mm) | f (Hz) |
|------|---------------------------|-------------|---------|--------------------------|--------|
| А    | 22                        | 0,1         | 5       | 35                       | 2-5    |
| В    | 23,5                      | 0,1         | 5       | 40                       | 2-5    |
| С    | 25                        | 0,1         | x       | 38,5-45                  | 2-5    |
| D    | 25                        | 0,6         | 1,5     | 40-46,5                  | 2-5    |

Tabell D13: Förutmattningsprocedur för förutmattning i luft vid RT för CT-11-15.

| Steg | K <sub>max</sub><br>MPa⊡m | R-värde | □a (mm) | a <sub>end</sub><br>(mm) | f (Hz) |
|------|---------------------------|---------|---------|--------------------------|--------|
| А    | 20                        | 0,1     | 5       | 35                       | 2-5    |
| В    | 20-25                     | 0,1     | 3,5-5   | 38,5-45                  | 2-5    |
| С    | 25                        | 0,6     | 1,5     | 40-46,5                  | 2-5    |
| 0    |                           |         |         |                          |        |

| MPa√m    | R=0,1, K=25 | R=0.1, K=22 | R=0,1 K=20 | R=0,6   |
|----------|-------------|-------------|------------|---------|
| K=       | 25          | 22          | 20         | 25      |
| CT 3     | 5.3E-05     |             |            | 4.6E-06 |
| CT 4     | 5.4E-05     |             |            | 5.0E-06 |
| CT 5     | 4.8E-05     | 3.2E-05     |            | 4.9E-06 |
| CT 6     | 4.4E-05     | 2.5E-05     |            | 4.9E-06 |
| CT 7     | 3.6E-05     | 2.6E-05     |            | 5.2E-06 |
| CT 8     | 4.0E-05     | 3.0E-05     |            | 4.4E-06 |
| CT 9     | 4.2E-05     |             | 2.9E-05    | 4.9E-06 |
| CT 10    | 4.4E-05     |             | 2.4E-05    | 4.4E-06 |
| CT 11    | 4.6E-05     |             |            | 5.0E-06 |
| CT 12    |             |             | 2.6E-05    | 4.4E-06 |
| CT 14    |             |             |            | 4.8E-06 |
| CT 15    |             |             | 2.5E-05    | 4.9E-06 |
| Medel    | 4.5E-05     | 2.8E-05     | 2.6E-05    | 4.8E-06 |
| Std.avv. | 5E-06       | 3E-06       | 2E-06      | 3E-07   |

Tabell D14: Tillväxthastigheter i mm/cykel vid förutmattning i luft.

Figur D23: K vid förutmattning av CT-5.



Figur D24: Spricklängd som funktion av antal cykler vid förutmattning för CT-5



Figur D25: K vid förutmattning av CT-10.



Figur D26: Spricklängd som funktion av antal cykler vid förutmattning för CT-10



Figur D27: Spricktillväxtdata från förutmattning i luft vid rumstemperatur för alla prover. Spricktillväxt anges per cykel vs.  $\Delta$  K. Absoluta K-nivåer är mycket lägre än vid provning i autoklav, se Tabell 5.



# Bilaga E - Vattenkemi

Sammanställning av vattenkemidata och temperaturer för de båda delprovningarna 1 och 2.

| Provnr | Fluorid<br>ppb | Klorid<br>ppb | Sulfat<br>ppb | Datum provuttag | Kommentar                     |
|--------|----------------|---------------|---------------|-----------------|-------------------------------|
| 18065  | 0,1            | 0,4           | 4,3           | 2018-06-27      | Föroxidering innan pålastning |
| 18057  | 1,7            | 0,3           | 2,4           | 2018-07-13      | Ren miljö                     |
| 18058  | 1,5            | 0,3           | 1,4           | 2018-07-27      | Ren miljö                     |
| 18059  | 1,6            | 0,4           | 1,5           | 2018-07-31      | Ren miljö                     |
| 18060  | 1,7            | 3,5           | 2,4           | 2018-08-09      | sökt 3 ppb Cl                 |
| 18061  | 1,2            | 3,3           | 2,2           | 2018-09-20      | sökt 3 ppb Cl                 |
| 18062  | 0,8            | 7,7           | 1,9           | 2018-10-04      | sökt 3 ppb Cl                 |
| 18063  | 1,3            | 17,8          | 1,8           | 2018-10-11      | sökt 18 ppb Cl                |
| 18064  | 1,6            | 87            | 1,5           | 2018-10-22      | sökt 90 ppb Cl                |

Tabell E15: Resultat av periodiska vattenanalyser under försöket.



Figur E28: Temperaturer i autoklav under provning 1.



Figur E29: Provning 1, konduktivitet in, konduktivitet ut och ECP i autoklaven.







Figur E31: Provning 2, konduktivitet för inlopp (grå) och utlopp (gul) från autoklav samt ECP (blå).

# Bilaga F - Spricktillväxt provning 1

Figur F32: Spricklängd som funktion av tid för provposition 1 (CT 6), provning 1 från start av aktiv provning. Även konduktivitet (blå) och ECP (gul) är inkluderade.





Figur F33: Spricklängd som funktion av tid för provposition 2 (CT 11), provning 1 från start av aktiv provning till 700 h. Även konduktivitet (blå) och ECP (gul) är inkluderade.



**Figur F34:** Spricklängd som funktion av tid för provposition 2 (CT 11), provning 1 från 550 h till provningsslut. Även konduktivitet (blå) och ECP (gul) är inkluderade.



Figur F35: Spricklängd som funktion av tid för provposition 3 (CT 4), provning 1 från start av aktiv provning. Även konduktivitet (grå) och ECP (gul) är inkluderade.



**Figur F36:** Spricklängd som funktion av tid för provposition 3 (CT 4), provning 1 från 1000 h till provningsslut. Även konduktivitet (grå) och ECP (gul) är inkluderade.



**Figur F37:** Spricklängd som funktion av tid för provposition 4 (CT 5), provning 1 från start av aktiv provning. Även konduktivitet (grå) och ECP (gul) är inkluderade.



**Figur F38:** Spricklängd som funktion av tid för provposition 4 (CT 5), provning 1 från start av aktiv provning till 600 h. Även konduktivitet (grå) och ECP (gul) är inkluderade.



Figur F39: Spricklängd som funktion av tid för provposition 4 (CT 5), provning 1 från 800 h provning till provningsslut. Även konduktivitet (grå) och ECP (gul) är inkluderade.



Figur F40: Spricklängd som funktion av tid för provposition 5 (CT 7), provning 1 från start av aktiv provning. Även konduktivitet (grå) och ECP (gul) är inkluderade.

**Figur F41** Spricklängd som funktion av tid för provposition 6 (CT 9), provning 1 från start av aktiv provning. Även konduktivitet (grå) och ECP (gul) är inkluderade.





Figur F42: Spricklängd som funktion av tid för provposition 7 (CT 3), provning 1 från start av aktiv provning. Även konduktivitet (grå) och ECP (gul) är inkluderade.



**Figur F43:** Spricklängd som funktion av tid för provposition 8 (CT 8), provning 1 från start av aktiv provning. Även konduktivitet (grå) och ECP (gul) är inkluderade.
## Bilaga G - Spricktillväxt provning 2

Figur G44: Spricklängd som funktion av tid för provposition 1 (CT 6), provning 2 från start av aktiv provning.





Figur G45: Spricklängd som funktion av tid för provposition 2 (CT 11), provning 2 från start av aktiv provning.



Figur G46: Spricklängd som funktion av tid för provposition 3 (CT 4), provning 2 från start av aktiv provning.



Figur G47: Spricklängd som funktion av tid för provposition 4 (CT 15), provning 2 från start av aktiv provning.



Figur G48: Spricklängd som funktion av tid för provposition 5 (CT 7), provning 2 från start av aktiv provning.



Figur G49: Spricklängd som funktion av tid för provposition 5 (CT 7) vid 18 ppb klorid då kontinuerlig tillväxt erhållits som avstannade efter 228 h för att sedan tillväxa igen.



Figur G50: Spricklängd som funktion av tid för provposition 5 (CT 7) vid 3-8 ppb klorid. Ingen respons på ökande kloridhalt utan dynamisk last.



Figur G51: Spricklängd som funktion av tid för provposition 6 (CT 10), provning 2 från start av aktiv provning.



**Figur G52:** Spricklängd som funktion av tid för provposition 5 och 6. För position 6 som cyklats periodiskt, initieras efter 40 h inkubationstid tillväxt vid 90 ppb, medan pos 5 som tillväxt med kontinuerligt avtagande hastighet inte uppvisar någon respons på kloridökningen.



Figur G53: Spricklängd som funktion av tid för provposition 7 (CT 12), provning 2 från start av aktiv provning.



Figur G54: Spricklängd som funktion av tid för provposition 8 (CT 14), provning 2 från start av aktiv provning.

## Bilaga H - LOM-fraktografi

 Tabell H16: Sammanställningstabell av sprickfronternas position för respektive provstav. förutmattning i luft (a), förutmattning i miljö (b) och spricktillväxt vid provning (c)

| Prov nr | pos.<br>provn 1 | pos. provn<br>2 |        | Spricktillväxtfront på provstav |        |        |
|---------|-----------------|-----------------|--------|---------------------------------|--------|--------|
| CT:     |                 |                 |        | a                               | b      | С      |
| 3       | 7               |                 | medel  | 9.717                           | 10.152 | 10.605 |
|         |                 |                 | max    | 10.718                          | 10.892 | 11.199 |
|         |                 |                 | median | 9.537                           | 10.054 | 10.804 |
| 4       | 3               | 3               | Medel  | 9.644                           | 10.057 | 12.549 |
|         |                 |                 | Max    | 10.681                          | 10.908 | 15.727 |
|         |                 |                 | Median | 9.415                           | 9.889  | 11.582 |
| 5       | 4               |                 | Medel  | 13.949                          | 14.392 | 14.770 |
|         |                 |                 | max    | 15.080                          | 15.301 | 15.301 |
|         |                 |                 | median | 13.781                          | 14.270 | 14.714 |
| 6       | 1               | 1               | medel  | 16.340                          | 17.644 | 18.111 |
|         |                 |                 | max    | 17.874                          | 18.541 | 19.229 |
|         |                 |                 | median | 16.123                          | 17.614 | 18.191 |
| 7       | 5               | 5               | medel  | 16.076                          | 16.885 | 19.892 |
|         |                 |                 | max    | 17.283                          | 17.948 | 24.295 |
|         |                 |                 | median | 15.916                          | 16.709 | 18.536 |
| 8       | 8               |                 | medel  | 13.992                          | 14.446 | 14.800 |
|         |                 |                 | Max    | 15.143                          | 15.429 | 15.639 |
|         |                 |                 | median | 13.876                          | 14.420 | 14.734 |
| 9       | 6               |                 | medel  | 14.193                          | 14.704 | 14.748 |
|         |                 |                 | max    | 15.890                          | 16.075 | 16.414 |
|         |                 |                 | median | 13.885                          | 14.453 | 14.453 |
| 10      |                 | 6               | medel  | 13.870                          | 14.467 | 18.451 |
|         |                 |                 | max    | 15.006                          | 15.178 | 22.875 |
|         |                 |                 | median | 13.655                          | 14.379 | 18.744 |
| 11      | 2.              | 2               | medel  | 14.118                          | 14.632 | 15.432 |
|         |                 |                 | max    | 15.001                          | 15.485 | 16.636 |
|         |                 |                 | median | 14.116                          | 14.497 | 15.358 |
| 12      |                 | 7               | medel  | 14.191                          | 15.013 | 16.658 |
|         |                 |                 | max    | 15.002                          | 15.713 | 20.683 |
|         |                 |                 | median | 14.097                          | 15.043 | 15.295 |
| 14      |                 | 8               | medel  | 14.795                          | 15.275 | 20.856 |
|         |                 |                 | max    | 16.202                          | 16.352 | 24.325 |
|         |                 |                 | median | 14.617                          | 15.115 | 22.675 |
| 15      |                 | 4               | medel  | 14.655                          | 15.148 | 25.626 |
|         |                 |                 | Max    | 15.878                          | 15.923 | 29.312 |
|         |                 |                 | median | 14.510                          | 15.049 | 27.419 |

Figur H55: Översikt över brottytan på CT 3, autoklavpositon 7 (K = 50 MPa√m, R = 1).



**Figur H56**: Uppmätning av sprickfronter på CT 3 för förutmattning i luft (a), förutmattning i miljö (b) och spricktillväxt vid provning (c). Mätningen utgår från den raka startnotchen som 0-position.



| Prov 3 |        | Läge   |        |
|--------|--------|--------|--------|
| Nr.    | а      | b      | с      |
| 1      | 10.144 | 10.279 | 10.279 |
| 2      | 10.082 | 10.210 | 10.210 |
| 3      | 9.844  | 10.010 | 10.010 |
| 4      | 9.661  | 9.882  | 9.963  |
| 5      | 9.512  | 9.840  | 9.975  |
| 6      | 9.385  | 9.861  | 10.127 |
| 7      | 9.299  | 9.866  | 10.282 |
| 8      | 9.268  | 9.803  | 10.353 |
| 9      | 9.183  | 9.984  | 10.405 |
| 10     | 9.233  | 9.859  | 10.414 |
| 11     | 9.251  | 9.930  | 10.962 |
| 12     | 9.364  | 9.925  | 10.891 |
| 13     | 9.456  | 10.035 | 11.199 |
| 14     | 9.471  | 10.075 | 10.795 |
| 15     | 9.492  | 10.076 | 10.900 |
| 16     | 9.561  | 10.072 | 11.045 |
| 17     | 9.854  | 10.315 | 11.045 |
| 18     | 9.959  | 10.324 | 10.936 |
| 19     | 10.051 | 10.597 | 10.830 |
| 20     | 10.375 | 10.685 | 10.978 |
| 21     | 10.604 | 10.892 | 10.892 |
| 22     | 10.718 | 10.813 | 10.813 |
| medel  | 9.717  | 10.152 | 10.605 |
| max    | 10.718 | 10.892 | 11.199 |
| median | 9.537  | 10.054 | 10.804 |

**Tabell H17:** Uppmätning av sprickfront på CT 3 relativt startnotch för förutmattning i luft (a), förutmattning i miljö(b) och spricktillväxt vid provning (c).

Figur H57: Översikt över brottytan på CT 4, autoklavpositon 3 (K = 50 MPa $\sqrt{m}$ , R = 1).



Figur H58: Uppmätning av sprickfronter på CT 4 för förutmattning i luft (a), förutmattning i miljö (b) och spricktillväxt vid provning (c). Mätningen utgår från den raka startnotchen som 0-position.



| Prov 4 |        | Läge   |        |
|--------|--------|--------|--------|
| Nr.    | а      | b      | с      |
| 0      | 10.340 | 10.187 | 10.457 |
| 1      | 9.868  | 10.071 | 10.127 |
| 2      | 9.616  | 9.897  | 10.130 |
| 3      | 9.404  | 9.800  | 10.462 |
| 4      | 9.385  | 9.850  | 11.196 |
| 5      | 9.305  | 9.841  | 13.951 |
| 6      | 9.283  | 9.803  | 14.515 |
| 7      | 9.291  | 9.749  | 15.065 |
| 8      | 9.250  | 9.727  | 15.631 |
| 9      | 9.203  | 9.757  | 15.727 |
| 10     | 9.307  | 9.773  | 15.624 |
| 11     | 9.360  | 9.850  | 14.751 |
| 12     | 9.400  | 9.880  | 13.808 |
| 13     | 9.425  | 9.920  | 13.412 |
| 14     | 9.569  | 10.226 | 11.967 |
| 15     | 9.723  | 10.410 | 11.121 |
| 16     | 9.961  | 10.416 | 10.750 |
| 17     | 10.103 | 10.423 | 10.506 |
| 18     | 10.415 | 10.657 | 10.793 |
| 19     | 10.681 | 10.908 | 10.992 |
| Medel  | 9.644  | 10.057 | 12.549 |
| Max    | 10.681 | 10.908 | 15.727 |
| Median | 9.415  | 9.889  | 11.582 |

 Tabell H18: Uppmätning av sprickfront på CT 4 relativt startnotch för förutmattning i luft (a), förutmattning i miljö

 (b) och spricktillväxt vid provning (c).



Figur H59: Översikt över brottytan på CT 5, autoklavpositon 4 (K = 50 MPa $\sqrt{m}$ , R = 0,7).



Figur H60: Uppmätning av sprickfronter på CT 5 för förutmattning i luft (a), förutmattning i miljö (b) och spricktillväxt vid provning (c). Mätningen utgår från den raka startnotchen som 0-position.

| Prov 5 |         | Läge    |        |
|--------|---------|---------|--------|
| Nr     | а       | b       | c      |
| 0      | 15.080  | 15.301  | 15.301 |
| 1      | 14.921  | 15.164  | 15.164 |
| 2      | 14.965  | 14.615  | 14.615 |
| 3      | 14.420  | 14.881  | 14.881 |
| 4      | 14.255  | 14.601  | 14.601 |
| 5      | 14.076  | 14.487  | 14.696 |
| 6      | 13.934  | 14.334  | 14.684 |
| 7      | 13.839  | 14.331  | 14.736 |
| 8      | 13.737  | 14.268  | 14.714 |
| 9      | 13.677  | 14.271  | 14.921 |
| 10     | 13.629  | 14.246  | 15.175 |
| 11     | 13.592  | 14.142  | 15.065 |
| 12     | 13.532  | 14.170  | 15.045 |
| 13     | 13.496  | 14.204  | 15.053 |
| 14     | 13.487  | 14.144  | 14.852 |
| 15     | 13.510  | 14.129  | 14.693 |
| 16     | 13.500  | 14.040  | 14.541 |
| 17     | 13.567  | 14.169  | 14.370 |
| 18     | 13.621  | 14.144  | 14.259 |
| 19     | 13.824  | 14.221  | 14.360 |
| 20     | 14.034  | 14.306  | 14.445 |
| 21     | 14.176  | 14.445  |        |
| Medel  | 13.949  | 14.392  | 14.770 |
| max    | 15.080  | 15.301  | 15.301 |
| median | 13.7805 | 14.2695 | 14.714 |

 Tabell H19:
 Uppmätning av sprickfront på CT 5 relativt startnotch för förutmattning i luft (a), förutmattning i miljö

 (b) och spricktillväxt vid provning (c).

Figur H61: Översikt över brottytan på CT 6, autoklavpositon 1 (K = 70 MPa $\sqrt{m}$ , R = 1).



Figur H62: Uppmätning av sprickfronter på CT 6 för förutmattning i luft (a), förutmattning i miljö (b) och spricktillväxt vid provning (c). Mätningen utgår från den raka startnotchen som 0-position.



| Prov 6 | Läge   |        |        |
|--------|--------|--------|--------|
|        | а      | b      | С      |
| 0      | 16.332 | 17.069 | 17.069 |
| 1      | 16.393 | 17.069 | 17.069 |
| 2      | 16.156 | 17.039 | 17.039 |
| 3      | 16.016 | 16.940 | 16.940 |
| 4      | 15.722 | 16.932 | 17.036 |
| 5      | 15.730 | 17.079 | 17.093 |
| 6      | 15.665 | 17.123 | 18.189 |
| 7      | 15.656 | 17.366 | 19.016 |
| 8      | 15.602 | 17.568 | 18.806 |
| 9      | 15.657 | 16.724 | 18.193 |
| 10     | 15.723 | 17.660 | 18.870 |
| 11     | 15.914 | 18.282 | 18.876 |
| 12     | 15.975 | 18.392 | 19.202 |
| 13     | 16.090 | 18.426 | 18.976 |
| 14     | 16.235 | 18.433 | 19.229 |
| 15     | 16.458 | 18.306 | 19.080 |
| 16     | 16.563 | 17.358 | 17.358 |
| 17     | 17.724 | 17.788 | 17.788 |
| 18     | 17.144 | 17.842 | 17.842 |
| 19     | 17.190 | 17.991 | 17.991 |
| 20     | 17.666 | 18.244 | 18.244 |
| 21     | 17.874 | 18.541 | 18.541 |
| medel  | 16.340 | 17.644 | 18.111 |
| max    | 17.874 | 18.541 | 19.229 |
| median | 16.123 | 17.614 | 18.191 |

**Tabell H20:** Uppmätning av sprickfront på CT 6 relativt startnotch för förutmattning i luft (a), förutmattning i miljö (b) och spricktillväxt vid provning (c).

Figur H63: Översikt över brottytan på CT 7, autoklavpositon 5 (K = 70 MPa $\sqrt{m}$ , R = 1).





Figur H64: Uppmätning av sprickfronter på CT 7 för förutmattning i luft (a), förutmattning i miljö (b) och spricktillväxt vid provning (c). Mätningen utgår från den raka startnotchen som 0-position.

| Prov 7 |        | Läge   |        |
|--------|--------|--------|--------|
| Nr     | а      | b      | С      |
| 0      | 16.175 | 16.713 | 19.283 |
| 1      | 16.044 | 16.601 | 23.351 |
| 2      | 15.84  | 16.65  | 24.295 |
| 3      | 15.683 | 16.646 | 23.892 |
| 4      | 15.578 | 16.693 | 23.609 |
| 5      | 15.493 | 16.705 | 22.47  |
| 6      | 15.5   | 16.516 | 22.746 |
| 7      | 15.535 | 16.291 | 22.218 |
| 8      | 15.601 | 16.752 | 18.636 |
| 9      | 15.601 | 17.085 | 18.385 |
| 10     | 15.681 | 17.462 | 17.939 |
| 11     | 15.677 | 16.278 | 17.73  |
| 12     | 15.867 | 16.397 | 17.946 |
| 13     | 15.965 | 16.497 | 17.979 |
| 14     | 16.107 | 16.563 | 18.149 |
| 15     | 16.226 | 16.784 | 18.259 |
| 16     | 16.316 | 16.919 | 18.382 |
| 17     | 16.549 | 17.081 | 18.435 |
| 18     | 16.788 | 17.35  | 18.815 |
| 19     | 16.962 | 17.708 | 18.849 |
| 20     | 17.197 | 17.948 | 18.31  |
| 21     | 17.283 | 17.828 | 17.953 |
| medel  | 16.076 | 16.885 | 19.892 |
| max    | 17.283 | 17.948 | 24.295 |
| median | 15.916 | 16.709 | 18.536 |

 Tabell H21: Uppmätning av sprickfront på CT 7 relativt startnotch för förutmattning i luft (a), förutmattning i miljö

 (b) och spricktillväxt vid provning (c).

Figur H65: Översikt över brottytan på CT 8, autoklavpositon 8 (K = 60 MPa $\sqrt{m}$ , R = 0,7).





Figur H66: Uppmätning av sprickfronter på CT 8 för förutmattning i luft (a), förutmattning i miljö (b) och spricktillväxt vid provning (c). Mätningen utgår från den raka startnotchen som 0-position.

| Prov 8 |        | Läge   |        |
|--------|--------|--------|--------|
| Nr.    | а      | b      | с      |
| 0      | 14.770 | 14.941 | 15.375 |
| 1      | 14.518 | 14.835 | 15.329 |
| 2      | 14.334 | 14.755 | 15.446 |
| 3      | 14.108 | 14.614 | 15.253 |
| 4      | 14.039 | 14.497 | 14.959 |
| 5      | 13.895 | 14.437 | 14.844 |
| 6      | 13.857 | 14.402 | 14.724 |
| 7      | 13.842 | 14.301 | 14.535 |
| 8      | 13.799 | 14.236 | 14.720 |
| 9      | 13.773 | 14.194 | 14.482 |
| 10     | 13.822 | 14.265 | 14.629 |
| 11     | 13.649 | 14.101 | 14.487 |
| 12     | 13.555 | 13.985 | 14.285 |
| 13     | 13.365 | 13.855 | 14.165 |
| 14     | 13.051 | 13.574 | 13.875 |
| 15     | 12.952 | 13.387 | 13.833 |
| 16     | 13.541 | 14.143 | 14.347 |
| 17     | 13.962 | 14.519 | 14.744 |
| 18     | 14.273 | 14.853 | 15.058 |
| 19     | 14.731 | 15.128 | 15.351 |
| 20     | 14.834 | 15.369 | 15.529 |
| 21     | 15.143 | 15.429 | 15.639 |
| medel  | 13.992 | 14.446 | 14.800 |
| Max    | 15.143 | 15.429 | 15.639 |
| median | 13.876 | 14.420 | 14.734 |

 Tabell H22:
 Uppmätning av sprickfront på CT 8 relativt startnotch för förutmattning i luft (a), förutmattning i miljö

 (b) och spricktillväxt vid provning (c).

Figur H67: Översikt över brottytan på CT 9, autoklavpositon 6 (K = 60 MPa√m, R = 1).



Figur H68: Uppmätning av sprickfronter på CT 9 för förutmattning i luft (a), förutmattning i miljö (b) och spricktillväxt vid provning (c). Mätningen utgår från den raka startnotchen som 0-position.



| Prov 9 |        | Läge   |        |
|--------|--------|--------|--------|
| Nr     | а      | b      | c      |
| 0      | 13.885 | 14.326 | 14.326 |
| 1      | 13.792 | 14.316 | 14.316 |
| 2      | 13.635 | 14.328 | 14.328 |
| 3      | 13.543 | 14.255 | 14.255 |
| 4      | 13.535 | 14.103 | 14.103 |
| 5      | 13.556 | 14.209 | 14.209 |
| 6      | 13.581 | 14.213 | 14.213 |
| 7      | 13.616 | 14.235 | 14.235 |
| 8      | 13.673 | 14.273 | 14.273 |
| 9      | 13.8   | 14.446 | 14.446 |
| 10     | 13.785 | 14.453 | 14.453 |
| 11     | 13.926 | 14.572 | 14.572 |
| 12     | 14.085 | 14.698 | 14.698 |
| 13     | 14.207 | 14.793 | 14.793 |
| 14     | 14.289 | 14.766 | 14.766 |
| 15     | 14.518 | 14.894 | 14.894 |
| 16     | 14.733 | 15.096 | 15.096 |
| 17     | 15.063 | 15.303 | 15.303 |
| 18     | 15.267 | 15.466 | 15.615 |
| 19     | 15.89  | 16.075 | 16.414 |
| 20     | 15.67  | 15.965 | 16.41  |
| medel  | 14.193 | 14.704 | 14.748 |
| max    | 15.890 | 16.075 | 16.414 |
| median | 13.885 | 14.453 | 14.453 |

 Tabell H23:
 Uppmätning av sprickfront på CT 9 relativt startnotch för förutmattning i luft (a), förutmattning i miljö

 (b) och spricktillväxt vid provning (c).

Figur H69: Översikt över brottytan på CT 10, autoklavpositon 6 (K = 60 MPa√m, R = 1).



Figur H70: Uppmätning av sprickfronter på CT 10 för förutmattning i luft (a), förutmattning i miljö (b) och spricktillväxt vid provning (c). Mätningen utgår från den raka startnotchen som 0-position.



| Prov 10 |        | Läge    |         |
|---------|--------|---------|---------|
| Nr.     | а      | b       | С       |
| 0       | 14.388 | 14.388  | 19.299  |
| 1       | 14.243 | 15.064  | 21.000  |
| 2       | 14.031 | 14.972  | 21.190  |
| 3       | 13.905 | 14.63   | 21.320  |
| 4       | 13.654 | 14.408  | 22.282  |
| 5       | 13.593 | 14.076  | 22.714  |
| 6       | 13.563 | 14.087  | 22.875  |
| 7       | 13.621 | 14.187  | 22.775  |
| 8       | 13.618 | 14.168  | 22.258  |
| 9       | 13.634 | 14.246  | 21.594  |
| 10      | 13.626 | 14.287  | 21.264  |
| 11      | 13.663 | 14.39   | 17.833  |
| 12      | 13.656 | 14.436  | 18.188  |
| 13      | 13.602 | 14.346  | 14.346  |
| 14      | 13.573 | 14.272  | 14.272  |
| 15      | 13.413 | 14.263  | 14.263  |
| 16      | 13.358 | 13.963  | 13.963  |
| 17      | 13.69  | 14.369  | 14.369  |
| 18      | 14.122 | 14.631  | 14.631  |
| 19      | 14.434 | 14.861  | 14.861  |
| 20      | 14.744 | 15.048  | 15.303  |
| 21      | 15.006 | 15.178  | 15.321  |
| medel   | 13.870 | 14.467  | 18.451  |
| max     | 15.006 | 15.178  | 22.875  |
| median  | 13.655 | 14.3785 | 18.7435 |

**Tabell H24:** Uppmätning av sprickfront på CT 10 relativt startnotch för förutmattning i luft (a), förutmattning i miljö (b) och spricktillväxt vid provning (c).

Figur H71: Översikt över brottytan på CT 11, autoklavpositon 2 (K = 60 MPa√m, R = 1).



Figur H72: Uppmätning av sprickfronter på CT 11 för förutmattning i luft (a), förutmattning i miljö (b) och spricktillväxt vid provning (c). Mätningen utgår från den raka startnotchen som 0-position.



| Prov 11 |        | Läge   |        |
|---------|--------|--------|--------|
| Nr.     | а      | b      | с      |
| 0       | 14.442 | 15.265 | 15.265 |
| 1       | 14.353 | 15.410 | 15.599 |
| 2       | 14.468 | 14.961 | 15.358 |
| 3       | 14.200 | 14.652 | 14.830 |
| 4       | 14.157 | 14.497 | 14.691 |
| 5       | 13.720 | 14.116 | 14.628 |
| 6       | 13.634 | 14.171 | 14.638 |
| 7       | 13.598 | 14.178 | 14.631 |
| 8       | 14.422 | 14.009 | 14.726 |
| 9       | 13.628 | 14.169 | 15.232 |
| 10      | 13.684 | 14.252 | 16.071 |
| 11      | 13.631 | 14.158 | 16.069 |
| 12      | 13.971 | 14.353 | 16.636 |
| 13      | 13.826 | 14.491 | 16.601 |
| 14      | 13.873 | 14.493 | 16.390 |
| 15      | 13.969 | 14.969 | 15.722 |
| 16      | 14.116 | 14.666 | 15.386 |
| 17      | 14.213 | 14.726 | 15.072 |
| 18      | 14.676 | 15.049 | 15.299 |
| 19      | 14.898 | 15.209 | 15.454 |
| 20      | 15.001 | 15.485 | 15.783 |
| medel   | 14.118 | 14.632 | 15.432 |
| max     | 15.001 | 15.485 | 16.636 |
| median  | 14.116 | 14.497 | 15.358 |

 Tabell H25:
 Uppmätning av sprickfront på CT 11 relativt startnotch för förutmattning i luft (a), förutmattning i miljö (b) och spricktillväxt vid provning (c).

Figur H73: Översikt över brottytan på CT 12, autoklavpositon 7 (K = 50 MPa√m, R = 1).



Figur H74: Uppmätning av sprickfronter på CT 12 för förutmattning i luft (a), förutmattning i miljö (b) och spricktillväxt vid provning (c). Mätningen utgår från den raka startnotchen som 0-position



| Prov 12 |        | Läge    |        |
|---------|--------|---------|--------|
| Nr      | а      | b       | С      |
| 0       | 15.002 | 15.713  | 16.912 |
| 1       | 14.919 | 15.312  | 19.578 |
| 2       | 14.571 | 15.252  | 20.244 |
| 3       | 14.126 | 15.054  | 20.683 |
| 4       | 13.124 | 14      | 20.344 |
| 5       | 13.654 | 14.55   | 19.622 |
| 6       | 13.994 | 14.667  | 19.483 |
| 7       | 13.675 | 14.868  | 17.756 |
| 8       | 14.001 | 14.876  | 14.876 |
| 9       | 14.014 | 14.850  | 14.850 |
| 10      | 13.976 | 14.891  | 14.891 |
| 11      | 13.975 | 14.941  | 14.941 |
| 12      | 13.989 | 14.988  | 14.988 |
| 13      | 14.092 | 15.031  | 15.031 |
| 14      | 14.053 | 15.062  | 15.062 |
| 15      | 14.102 | 15.062  | 15.062 |
| 16      | 14.146 | 15.001  | 15.001 |
| 17      | 14.25  | 15.176  | 15.176 |
| 18      | 14.399 | 15.212  | 15.212 |
| 19      | 14.62  | 15.378  | 15.378 |
| 20      | 14.738 | 15.308  | 15.767 |
| 21      | 14.791 | 15.084  | 15.623 |
| medel   | 14.191 | 15.013  | 16.658 |
| max     | 15.002 | 15.713  | 20.683 |
| median  | 14.097 | 15.0425 | 15.295 |

 Tabell H26:
 Uppmätning av sprickfront på CT 12 relativt startnotch för förutmattning i luft (a), förutmattning i miljö (b) och spricktillväxt vid provning (c).



Figur H75: Översikt över brottytan på CT 14, autoklavpositon 8 (K = 60 MPa√m, R = 0,7).



Figur H76: Uppmätning av sprickfronter på CT 14 för förutmattning i luft (a), förutmattning i miljö (b) och spricktillväxt vid provning (c). Mätningen utgår från den raka startnotchen som 0-position.
| Prov 14 |        | Läge   |         |
|---------|--------|--------|---------|
| Nr      | а      | b      | С       |
| 0       | 14.798 | 14.958 | 17.319  |
| 1       | 14.637 | 14.902 | 22.806  |
| 2       | 14.383 | 14.724 | 22.837  |
| 3       | 14.263 | 14.632 | 22.543  |
| 4       | 14.207 | 14.621 | 23.307  |
| 5       | 14.230 | 14.681 | 23.969  |
| 6       | 14.220 | 14.751 | 24.075  |
| 7       | 14.266 | 14.817 | 24.325  |
| 8       | 14.335 | 14.941 | 24.005  |
| 9       | 14.362 | 15.011 | 23.806  |
| 10      | 14.419 | 15.087 | 23.319  |
| 11      | 14.520 | 15.143 | 23.537  |
| 12      | 14.597 | 15.154 | 23.228  |
| 13      | 14.763 | 15.320 | 22.434  |
| 14      | 14.863 | 15.498 | 21.252  |
| 15      | 14.962 | 15.614 | 19.876  |
| 16      | 15.088 | 15.697 | 15.697  |
| 17      | 15.236 | 15.792 | 15.792  |
| 18      | 15.407 | 16.022 | 16.022  |
| 19      | 15.727 | 16.134 | 16.134  |
| 20      | 16.008 | 16.352 | 16.352  |
| 21      | 16.202 | 16.202 | 16.202  |
| medel   | 14.795 | 15.275 | 20.856  |
| max     | 16.202 | 16.352 | 24.325  |
| median  | 14.617 | 15.115 | 22.6745 |

 Tabell H27:
 Uppmätning av sprickfront på CT 14 relativt startnotch för förutmattning i luft (a), förutmattning i miljö (b) och spricktillväxt vid provning (c).



Figur H77: Översikt över brottytan på CT 15, autoklavpositon 4 (K = 50 MPa $\sqrt{m}$ , R = 0,7).



Figur H78: Uppmätning av sprickfronter på CT 15 för förutmattning i luft (a), förutmattning i miljö (b) och spricktillväxt vid provning (c). Mätningen utgår från den raka startnotchen som 0-position.

| Prov 15 |         | Läge    |         |
|---------|---------|---------|---------|
| Nr.     | а       | b       | С       |
| 0       | 15.120  | 15.288  | 18.634  |
| 1       | 14.851  | 15.086  | 27.353  |
| 2       | 14.639  | 14.928  | 28.353  |
| 3       | 14.364  | 14.878  | 28.496  |
| 4       | 14.315  | 14.999  | 29.193  |
| 5       | 14.279  | 14.891  | 29.312  |
| 6       | 14.215  | 14.874  | 29.268  |
| 7       | 14.232  | 14.841  | 29.307  |
| 8       | 14.200  | 14.782  | 29.246  |
| 9       | 14.276  | 14.883  | 28.739  |
| 10      | 14.330  | 14.963  | 28.372  |
| 11      | 14.359  | 14.948  | 28.177  |
| 12      | 14.407  | 15.011  | 27.484  |
| 13      | 14.462  | 15.109  | 27.067  |
| 14      | 14.557  | 15.146  | 25.294  |
| 15      | 14.651  | 15.209  | 23.322  |
| 16      | 14.763  | 15.358  | 22.107  |
| 17      | 14.841  | 15.380  | 21.182  |
| 18      | 14.936  | 15.385  | 20.859  |
| 19      | 15.146  | 15.496  | 20.444  |
| 20      | 15.584  | 15.884  | 20.654  |
| 21      | 15.878  | 15.923  | 20.918  |
| medel   | 14.655  | 15.148  | 25.626  |
| Max     | 15.878  | 15.923  | 29.312  |
| median  | 14.5095 | 15.0485 | 27.4185 |

 Tabell H28:
 Uppmätning av sprickfront på CT 15 relativt startnotch för förutmattning i luft (a), förutmattning i miljö (b) och spricktillväxt vid provning (c).

## Bilaga I - SEM

I bilagan sammanställs collage av brottytorna tagna i SEM med 80x förstoring, samt detaljbilder från intressanta och representativa områden på brottytorna.

Figur I79: CT-6 Position 1, SEM-kollage över förutmattning och miljösprickning.





Figur 180: CT-7 position 5, SEM-kollage över förutmattning och miljösprickning.

Figur 181 CT-11 position 2, SEM-kollage över förutmattning och miljösprickning.





Figur 182: CT-9, position 6, SEM-kollage över förutmattning och miljösprickning.

Figur 183: CT-10 position 6, SEM-kollage över förutmattning och miljösprickning.



Figur 184: CT-10 position 6. Detalj på övergången från förutmattning till miljösprickan.



Figur 185: CT-10 position 6. Detalj på slutet av miljösprickan och övergången till efterutmattning.



Figur 186: CT-10 position 6. Samma område som Figur 185 i högre förstoring med slutet av miljösprickan och övergången till efterutmattning.



Figur 187: CT-10 position 6. Detalj på oxidens utseende vid övergång mellan oxiderande (nederst) och reducerande förhållanden (överst).





Figur 188: CT-4 position 3, SEM-kollage över förutmattning och miljösprickning.



Figur 189: CT 3 position 7, SEM-kollage över förutmattning och miljösprickning.

Figur 190: Detalj, av miljösprickning i CT-3 position 7. Se röd pil i figur 189.





Figur 191: CT-12 position 7, SEM-kollage över förutmattning och miljösprickning.



**Figur I92:** CT-5 position 4, SEM-kollage över förutmattning och miljösprickning. Då provet överlastades kraftigt i samband med reglerincidenten så är hela brottytan från detta oavsiktliga brottseghetsprov med konstant töjningshastighet inkluderat.

Figur 193: CT-15 position 4, SEM-kollage över förutmattning och miljösprickning.







Figur 195: CT-14 position 8, SEM-kollage över förutmattning och miljösprickning



## Bilaga J - Händelselogg

Tabell J29: Händelselogg för delprovning 1.

| Tid (h) | Händelse  |  |
|---------|---|--|
| 55      | tryckkompensering initierat   |  |
| 58      | pos 5-8 satta till konstantlast 3000 N  |  |
| 105     | spricklängd initierat   |  |
| 105     | kanal 4 depd out of range   |  |
| 225     | är den återställd   |  |
| 246     | ström 5.8 8 avstängd för att se om potentialerna blir bra   |  |
| 247     | Test av ECP-respons O2 sänkts med en faktor 20 fr 2 till 0.1 l/h. Bör resultera i 100 ppb istf 2000 ppb   |  |
| 251     | återstartar ström pos 5,8   |  |
| 269     | strömgenomförsel)   |  |
| 274     | autoklav öppnad   |  |
| 294     | återstart med ny we-cs elektrod (rostfri ledare) start 3 kN constant load   |  |
| 297     | reg fv 294 reg ac 292   |  |
| 297     | ground ref är nu WE-CS vs Ref   |  |
| 318     | Prover omnormaliserade  |  |
| 323     | ökat last regleringsgränsen fr 3 till 5 N för att minska justeringarna.   |  |
| 392     | Ökat tryck en aning   |  |
| 416     | från programsteg 0 till 1 dvs. fr 3 kN till > 90 % av mållast   |  |
| 418     | DCPD omnormaliserad   |  |
| 465     | Stopp programsteg 1 start programsteg 2 Pid ramp K-ramp pos 1   |  |
| 465     | Stopp programsteg 1 start programsteg 2 Pid ramp K-ramp pos3  |  |
| 466     | Samtliga pos kör prg 2. Frekvens har sänkts från 0.04 till 0.03 Hz.   |  |
| 467     | Frekvensen sänkt från 0.03 till 0.025 på alla pos som kör steg 2  |  |
| 487     | Samtliga steg 2 och 3 är färdigkörda, inleder programsteg 4.<br>sänker syre fr 2200 till 500 minskar puvarande des på 33 3 d/min till 7 6 d/min/ 0 456 l/b. (500/2200)x33 3 |  |
| 489     |   |  |
| 489     | Vatten prov tagna precis före syresänkningen  |  |
| 656     | Cykling med hålltid, R = 0.6 DVS Pos 1, 3, 5 och 7, sedan återgång till konstant K  |  |
| 658     | Samtliga återstarter R = 0.6 har genomfört .sista programsteg startas i samtliga positioner   |  |
| 921     | Dosering (3ppb) startad ca kl 13. alltså för en timma sen.  |  |
| 917     | Doseringspumpen avluftades ca 14.30 (31a juli), därefter påbörjades doseringen (3 ppb)  |  |
| 1090    | Ändrade belastning till cyklisk på samtliga positioner. pos 1 för en timma sedan, pos8 håller på att byta nu.   |  |
| 1111    | Position 4: Går tillbaka till 0.01 Hz i ett försök att få tillväxt.   |  |
| 1115    | Ändrar värden för teoretisk syrehalt efter höjningen till 1 ppm   |  |
| 1132    | vattenprov  |  |
| 1138    | Provstavar överlastade på grund av datorproblem   |  |

- 1160 Fixat vattenlås på doslösning. fanns inte innan. medför störning i beräkningsgrafen
- 1162 Alla prov lastats av
- 1162 Stänger av Cl dosering
- 1308 startar samtliga prg 0 förutom på pos 6, den med ihoptryckt dragstång
- 1325 nedkörning för provbyte och dragstångsbyte

| Tid (h)    | Händelse  |
|------------|---|
| -144       | Bytt Agilent 34970A behållt kort, ersättningsinsintrument kommer från POS34   |
| -142       | Ersatta prover monterade, autoklav återsluten   |
| -125       | Fyller vatten   |
| -122       | Flöde på helt trycklöst/ pump av  |
| -119       | Nya programmet med motorströmsrelä och larm implementerat.  |
| -53        | Start reg load 3 kN   |
| -52        | start O2 dos, start pump  |
| -52        | Start värmning till 95 °C   |
| -52        | Start mätning manuell i multi HOK instrument  |
| -49<br>-49 | Pac fr 20 to 25 bar, Treg preheater 150C ac 140C<br>Drevat autoklav upp till med isolering för att förhindra varmdrag och uppvärmning av motorer<br>lastceller m.m. |
| -49        | Tryck upp till 50 bar   |
| -49        | Treg preheater 190C, Treg ac 180C   |
| -48        | Pac reg 90 bar, Tprheater reg 250C Tac reg 220C<br>Alla motorreläer utlösta pga övertemp autoklavövertemp, gräns satt till 170 nu uppe i 220, det                   |
| -46        | funkar alla reläer startade samtliga prg hoppade igång  |
| -28        | Treg preheater 290C, Treg ac 280C   |
| -4         | Nya proverna om normaliserade de är dock inte stabila ännu  |
| -1         | Test skärmning av WE-CS koaxialkabel, skärm inkopllad till autoklavjord   |
| 2          | upplastning av provstavar till cirka 70 % av maxlast  |
| 45         | startat pos 8 i steg 2, med K = 60, lämnar a på 44.68 mm  |
| 48         | startat pos7.6.4  |
| 49         | startat pos 1,2,3,5   |
| 124        | hålltid 3000 s på pos3  |
| 128        | Konstant K igen på pos3   |
| 146        | CI dosering startad (luftat ur innan) Qset = 31.6 ml/min  |
| 146        | Samtliga program försatta i sista programsteg sedan ca 5 min  |
| 284        | Startat om 6an, satt 2an till konstant K och 7an till sista steg med hålltid  |
| 354        | uppjustering av autoklavtemperatur med 1 grad genom ökning av förvärmartempertaturen  |
| 386        | Ökar kloriddos till 8 ppb   |
| 643<br>645 | pausat hcl dospump => påfyllning av ny doslösning<br>startat hcl dospump => påfyllning av ny doslösning klar. +40001 g varav 0.307 g HCL (resten<br>filtrerat UPW)  |
| 647        | Nya system Cl konc är 2730.206 ppb  |
| 647        | Ändrar konc av cl fr 8 till 18 ppb  |
| 717        | O2 från 1000 ppb ut (1300 inlet calc) till 2300 ppb inlet calc>25.6 ml/min = 1.54 l/h   |
| 717        | O2 multi meas 1016 ppb  |
| 719        | pos 5, 6, 7 och 8 prg har startats med R = 0.6 K samma som innan ca 5 cykler Tend = 39600 s hold high 7200 s, därefter återgång till slutprogram                    |

## Tabell J30: Händelselogg för delprovning 2.

|   | 811  | cykling omgång 2 av prov 1-3   |
|---|------|--|
|   | 841  | stopp dosering pga av nyblandning direkt i kärl                        |
|   | 844  | återstart dosering 18 ppb i autoklavflöde 3.06 g/min ekv med 0.18 kg/h |
|   | 860  | Startat cykling på pos 1-3   |
|   | 957  | ökar dosering av klorid fr 18 till 90 ppb (0.918 l/h)                  |
|   | 957  | ökar dosering av klorid fr 18 till 90 ppb (0.918 l/h)                  |
|   | 958  | pos 1,2,3 och 6 0.001 Hz samt 5 st cykler med hålltid                  |
|   | 982  | Tankar HCI samma konc som senaste påfyllningen                         |
|   | 1026 | påfyllning ny hcl-doslösning avslutad                                  |
|   | 1060 | kloriddosering av  |
| - | 1105 | Prover avlastade. Tempen slås av                                       |
|   |      |  |

\_\_\_\_

Strålsäkerhetsmyndigheten har ett samlat ansvar för att samhället är strålsäkert. Vi arbetar för att uppnå strålsäkerhet inom en rad områden: kärnkraft, sjukvård samt kommersiella produkter och tjänster. Dessutom arbetar vi med skydd mot naturlig strålning och för att höja strålsäkerheten internationellt.

Myndigheten verkar pådrivande och förebyggande för att skydda människor och miljö från oönskade effekter av strålning, nu och i framtiden. Vi ger ut föreskrifter och kontrollerar genom tillsyn att de efterlevs, vi stödjer forskning, utbildar, informerar och ger råd. Verksamheter med strålning kräver i många fall tillstånd från myndigheten. Vi har krisberedskap dygnet runt för att kunna begränsa effekterna av olyckor med strålning och av avsiktlig spridning av radioaktiva ämnen.

Vi deltar i internationella samarbeten för att öka strålsäkerheten och finansierar projekt som syftar till att höja strålsäkerheten i vissa östeuropeiska länder.

Strålsäkerhetsmyndigheten sorterar under Miljödepartementet. Hos oss arbetar drygt 300 personer med kompetens inom teknik, naturvetenskap, beteendevetenskap, juridik, ekonomi och kommunikation. Myndigheten är certifierad inom kvalitet, miljö och arbetsmiljö.

Publikationer utgivna av Strålsäkerhetsmyndigheten kan laddas ned via stralsäkerhetsmyndigheten.se eller beställas genom att skicka e-post till registrator@ssm.se om du vill ha broschyren i alternativt format, som punktskrift eller daisy.

Strålsäkerhetsmyndigheten Swedish Radiation Safety Authority SE-171 16 Stockholm Phone: 08-799 40 00 Web: ssm.se E-mail: registrator@ssm.se

©Strålsäkerhetsmyndigheten