



Öppen

Anteckning

DokumentID 1391040	Version 1.0	Status Godkänt	Reg nr	Sida 1 (11)
Författare Berit Lundqvist			Datum 2013-04-11	
Kvalitetssäkrad av			Kvalitetssäkrad datum	
Godkänd av Lars Birgersson			Godkänd datum 2013-06-04	

Referensgruppsmöte kopparkorrosion 25 mars 2013

Kopparkorrosion i syrgasfri miljö

Referensgruppsmöte nr 15

Plats: SKB, Blekholmstorget
Datum: 25 mars 2013, klockan 9.00–14.30
Närvarande: Rolf Berger (Uppsala Universitet)
Marie Berggren (Östhammars kommun)
Christer Bohlin (Östhammars kommun)
Mats Boman (Uppsala Universitet)
Roland Davidsson (SERO)
Christofer Leygraf (KTH)
Karsten Pedersen (Microbial Analytics Sweden AB)
Mikael Ottosson (Uppsala Universitet)
Rolf Persson (Oskarshamns kommun)
Peter Szakalos (KTH)
Claes Taxén (Swerea/KIMAB)

SKB: Kjell Andersson (ordförande), Allan Hedin, Johannes Johansson, Christina Lilja, Peter Wikberg. Berit Lundqvist (sekreterare).

Innehåll

1	Inledning.....	2
2	Anteckningar från föregående möte	2
3	Minican-försöket i Äspölaboratoriet.....	2
4	Minican-försöket: Mikrobiologi – sulfatreducerande bakterier	5
5	Lägesrapport: Kopparkorrosion i syrefritt vatten.....	6
6	Artikel om processen med referensgruppen	9
7	Provtagning och analys av koppar från Prototypförvaret.....	9
8	Övriga frågor	11
9	Nästa möte.....	11
10	Avslutning	11

Svensk Kärnbränslehantering AB

Box 250, 101 24 Stockholm
Besöksadress Blekholmstorget 30
Telefon 08-459 84 00 Fax 08-579 386 10
www.skb.se
556175-2014 Säte Stockholm

Bilagor:

A: Kopparkorrosion i in situ experimentet Minican – Johannes Johansson

B: Minican: Mikrobiologi–Sulfatreducerande bakterier – Karsten Pedersen

C: Sammanfattning av korrosionsförsök. Cu i vatten efter sex månader – Mats Boman m fl

D: Ytprofiler på kopparkapslar från deponeringshål 5 och 6 i Prototyp – Claes Taxén

1 Inledning

Kjell Andersson öppnade mötet och hälsade alla välkomna till det femtonde mötet med referensgruppen för försöken om kopparkorrosion i syrgasfri miljö.

Punkten om SSM rapport 2013:07 på agendan utgick, eftersom Gunnar Hultquist inte kunde närvara vid mötet.

Punkten om kopparkorrosion i ultrarent vatten senarelades på grund av tågförseningar.

2 Anteckningar från föregående möte

Anteckningar från föregående möte, den 6 november 2012, på SKB:s kontor i Stockholm, har skickats ut för synpunkter till referensgruppens medlemmar. Med anledning av dessa hade Roland Davidsson ställt en fråga om temperaturfördelningen och överhettningrisken i kapseln. Frågan har besvarats av Allan Hedin via mejl. Temperaturen vid kopparhöljets inneryta kommer vara mycket snarlik temperaturen på utsidan på grund av den goda värmeledningsförmågan hos koppar. Roland Davidsson förklarade sig nöjd med svaret.

3 Minican-försöket i Äspölaboratoriet

Johannes Johansson presenterade resultaten från analyserna av den upptagna kapseln i Minican-försöket i Äspölaboratoriet, se bilaga A. Resultaten finns också publicerade i SKB TR-12-09.

Bild – Kopparkapsel i KBS-3

Den inneslutande funktionen i KBS-3-metoden utgörs av en tätslutande kopparkapsel med godstjockleken 5 centimeter och en lastbärande segjärnsinsats.

Bild – Olika svetsmetoder

Från början användes elektronstrålesvetsning (EBW) för att svetsa fast locket på kapseln. Vid svetsningen fanns risk för porbildning och att porerna kunde bilda sammanhängande mikroskopiska kanaler med ett genomgående hål som följd. SKB har sedermera bytt referensmetod för svetsning. Sedan omkring sju år tillbaka är friktionsomrörningssvetsning referensmetod. Denna metod är inte lika känslig för porbildning och det finns inte längre risk för att det bildas några genomgående kanaler vid svetsning.

Bild – Minican-då och idag

Minican-försöket startades för att öka kunskapen om vad som händer inuti en otät kapsel om det långsamt läcker in vatten. Leder korrosionen av järninsatsen till ett inre tryck på kapseln och hur stort blir detta? I och med bytet av svetsmetod har frågeställningen numera bara historiskt intresse. I stället används Minican-försöket för att studera andra frågeställningar som är relevanta för korrosion, exempelvis inverkan av mikroorganismer.

Bild – Miniaturkapslar

De fem miniaturkapslarna är 30 centimeter långa och 14,5 centimeter i diameter. De är omgivna av ett 3 centimeter tjockt lager av bentonit. Bentoniten hålls på plats av en stålbur.

Bild – Insats med mätinstrument

I volymen ovanför kapseln, inuti stålbur, finns en insats med mätinstrument, bland annat elektroder av järn, koppar, guld och platina.

Bild – Installation på Äspölaboratoriet 2006

Minican-försöket installerades 2006. Kapslarna har olika antal förborrade hål i olika positioner för att efterlikna de genomgående kanalbildningarna. Hålens diameter är 1 millimeter.

Bild – Äspölaboratoriet 450 meter under havsytan

Försöket äger rum på 450 meters djup i Äspölaboratoriet.

Bild – Fem experiment

Tre av de fem kapslarna omges av bentonit med lägre densitet än normalt, en omges av bentonit med normal densitet och en har installerats helt utan bentonit. I höljet finns förborrade hål i olika positioner för att efterlikna porkanalerna.

Bild – Fem experiment, kapsel 3 återtagen

Kapsel nummer 3, som omgavs med bentonit med lägre densitet än normalt (1 300 kg per kubikmeter), togs upp 2011.

Bild – Mätningar 2006-2013

Grundvattenkemiska analyser med avseende på pH, lösta gaser, joner och mikroorganismer har genomförts innanför bentonitbufferten och i borrhålet. Korrosionsförloppet har följts med fem olika elektrokemiska mätningmetoder.

Bild – Elektrokemisk miljö i experiment 3

Initialt fanns lite löst syre i bentonitens porvatten – miljön var milt oxiderande. Efter tre till fyra månader uppnåddes en reducerande miljö.

Bild – Korrosionsmätningar i experiment 3: LPR och ACI

(LPR=linjärt polarisationsmotstånd)

(ACI=växelströmsimpedans)

Två av de fem elektrokemiska mätmetoderna indikerar mycket hög kopparkorrosion. De värden som uppmätts (cirka 0,7 mm/år respektive 1 cm/år) är orimliga, eftersom sådana nivåer skulle ge synliga effekter. I det ena fallet skulle 3 mm av 5 mm korrodera bort. I det andra fallet skulle till och med hela elektroden korroderat bort och så var inte fallet.

Bild – Korrosionsmätningar i experiment 3: ECN

(ECN=elektrokemiskt brus)

ECN registrerar lägre korrosionshastighet än LPR och ACI, cirka 10 mikrometer per år.

Resistansmätningar indikerar 0,2-0,4 mikrometer per år.

Bild – Återtag av kapsel 3 under 2011

Återtaget skedde i en tank med grundvatten. Kapseln och tank transporterades till Storbritannien för att tas isär och för att analyseras vidare. Resultaten från återtaget och de efterföljande analyserna avrapporteras i TR-12-09.

Bild – Särtagning av kapsel

När kapseln togs isär var komponenterna belagda med en svart beläggning bestående av FeS, CuFeS₂, Fe₂O₃ och grafit. Halva kapseln hade mer beläggning än den andra, vilket kan bero på att kapseln legat ned.

Bild – FeS överallt trots låg halt HS⁻ i borrhålet

Den svarta beläggningen fanns överallt. En hypotes är därför att bakterier växt lokalt och producerat sulfid. Sulfiden har sedan i sin tur reagerat med järnet i instrumentinsatsen. Sulfatreducerande bakterier har detekterats vid mikrobiologiska analyser.

Bild – FeS överallt, även på Cu-elektroden

Ytterligare en hypotes är att järnsulfid ska ha stört de elektrokemiska mätningarna. Detta bekräftas av de gravimetriska mätningar som gjorts.

Bild – Var kommer järnet ifrån?

Minst 98 procent av järnet härstammar från gjutjärnskomponenter utanför kapseln.

Bild – Gravimetrisk analys av kopparkorrosion

Kopparytan, som var belagd med den svarta fällningen av järnsulfid, tvättades i flera omgångar. Massförsluten av koppar beräknades till 0,15 mikrometer per år, vilket visar att de korrosionshastigheter som uppmäts med LPR, ACI och ECN är felaktiga.

Bild – Järn i vattnet

Halten järn(II)-joner ökar inne i experimentburen, men inte ute i borrhålet.

Bild – Sulfid i vattnet

En del av den sulfid som producerades lokalt av sulfatreducerande bakterier finns i den fasta korrosionsprodukten.

Bild – pH

Under försökets gång har den kemiska miljön blivit lite surare; pH-värdet har sjunkit cirka en enhet.

Bild – Minican: Vad händer nu?

Kapsel 4 och 5 ska tas upp så snart som möjligt, förhoppningsvis i slutet av 2013. Kapsel 4 omgavs av bentonit med normal kompakteringsgrad. Genom att ta upp denna kan man få en uppfattning om hur förekomsten av sulfatreducerande bakterier beror av kompakteringsgraden. Kapsel 5 har ingen omgivande bentonit och är därför direkt exponerad för grundvattnet.

Allmän diskussion

Johannes Johansson berättade att i Minican (3 centimeter buffert) nåddes redoxpotentialen -300 mV efter 3-4 månader, vilket är densamma som för grundvattnet. I Prototypförvaret är buffertlagret 35 centimeter. Där visar elektrokemiska mätningar att redoxpotentialen fortfarande -40 mV efter sju år.

Peter Szakalos påpekade att -40mV ändå är att betrakta som en ganska syrefri miljö, vilket Johannes Johansson instämde i men tillade att vi inte kan veta hur lång tid det tagit för experimentet att bli syrefritt, samt att -40 mV betyder att det reducerande sulfidhaltiga grundvattnet inte hunnit tränga genom bufferten. Peter Szakalos menade att man borde ha kunnat förutse att järnkomponenterna i Minican skulle korrodera i den sulfidhaltiga miljön. Johannes Johansson instämde i detta men påpekade även att den som designat experimentet (Nick Smart, Amec) är en världsledande korrosionsforskare och att det är lätt att vara efterklok. Johannes menade att det teoretiskt sett skulle kunna gå att uppskatta hur järnsulfidbeläggningen påverkat mätningar på kopparelektroden, men Claes Taxén påpekade att det är svårt att modellera ett instabilt system som befinner sig långt från jämvikt.

4 Minican-försöket: Mikrobiologi – sulfatreducerande bakterier

Karsten Pedersen presenterade resultatet av de mikrobiologiska analyser som gjorts i Minican-försöket, se bilaga B.

Bild – Rapporter mikrobiologi och gas

Resultaten finns avrapporterade i SKB P-11-32 och SKB P-12-01.

Bild – Sulfatreducerande bakterier

Sulfatreducerande bakterier, SRB, är viktiga eftersom de producerar sulfidjoner genom att i sin metaboliska process ta upp elektroner och energi från olika kemiska ämnen och lämna dem till svavel i sulfat som då omvandlas till sulfidjoner. Sulfidjonerna kan sedan reagera med koppar under bildning av kopparsulfid.

Bild – Sulfatreducerande bakterier, fortsättning

Mikrober kan använda många kemiska ämnen som bränsle, exempelvis vätgas, metalliskt järn och rostfritt stål samt organiska föreningar (gärna korta organiska syror).

Bild – Anaerob mikrobiell korrosion (inget syre)

Desulfovibrio ferrophilus kan ta upp elektroner direkt från järn under bildning av sulfid från sulfat. När järn koroderar i syrefri miljö bildas järn(II)-joner och vätgas. Vätgasen förbrukas i sin tur av sulfatreducerande bakterier under bildning av sulfidjoner. Sulfidjonerna reagerar vidare med metalljoner under bildning av metallsulfider (ofta en svart fällning).

Bild – Sulfatreducerande bakterier i Minican – uttaget

Det fanns gott om sulfatreducerande bakterier inne i buren, men inte speciellt många i grundvattnet utanför. Laboratorieförsök har tidigare visat att aktiviteten avtar när bentonitens densitet ökar. Sulfatreducerande bakterier är inget problem så länge de inte är aktiva. Man måste skilja mellan förekomst och aktivitet.

Bild – Sulfatreducerande bakterier i Minican

Mikroberna kommer ifrån grundvattnet. Prov har tagits i borrhål vinkelrätt mot Minican under flera år.

Bild – Sulfatreducerande bakterier i Minican – uttag av A04

Artbestämning av förekommande bakterier i grundvatten vid MiniCan har skett genom kloning och sekvensiering (next generation sequencing). Resultatet visar att det finns minst 200 olika arter närvarande. Mellan 30 och 40 procent av dessa är sulfatreducerande.

Bild – Sulfatreducerande bakterier i Minican – bentonit

Låg densitet är gynnsam för bakterietillväxten. Analyser visade 90 000 sulfatreducerande bakterier per gram bentonit.

Bild – Sulfatreducerande bakterier i Minican – uttaget

Vid uttaget konstaterades att även kopparytan var täckt av sulfidutfällningar.

Bild – Sulfatreducerande bakterier i Minican – på kopparytan

Desulfovibrio ferrophilus fanns på kopparkapselns yta i varierande antal.

Bild – Sulfatreducerande bakterier i Minican – på ytterburen

Prov togs på burens ytteryta. Antalet bakterier var inte fler här än var de var i grundvattnet.

Bild – Sulfatreducerande bakterier i Minican – sammanfattning 1&2

Det finns ett stort antal och många typer av sulfatreducerande bakterier i Minican, speciellt där vattnet är stillastående eller där vattenflödet är lågt. I grundvattnet på 420 m djup i Äspö finns många typer av sulfatreducerande bakterier.

Bild – Konklusion

Om grundvattnet hade varit sterilt och fritt från bakterier hade det förmodligen inte bildats någon svart sulfidfällning.

Allmän diskussion

Christofer Leygraf undrade hur bakterietillväxten påverkas av strålning.

Karsten Pedersen svarade att strålningen måste vara mycket stark för att påverka bakterietillväxten. I berget utanför kapslarna har den knappast någon betydelse.

Peter Szkalos hävdade att Forsmark var en olämplig plats för Kärnbränsleförvaret, eftersom bentoniten mätas så långsamt och de sulfatreducerande bakterierna då skulle kunna bli ett problem.

Karsten Pedersen påpekade att så nödvändigtvis inte är fallet, eftersom vattentillgången styr bakterietillväxten och det uppstår konkurrens mellan bakterierna och bentoniten om vattnet. När bentoniten sväller begränsas bakteriernas livsrum och aktiviteten avtar. Det intressanta är att undersöka om det finns ett ”fönster” mellan ett tillstånd där bentoniten förbrukar allt vatten och där bentoniten tar all plats där bakterierna skulle kunna vara aktiva. Ett nytt försök ska startas där överlevnad, bakterietillväxt och bakterieaktivitet i omättad bentonit ska undersökas. Genom att använda sig av radioaktiva svavelisotoper kan man se hur omfattande sulfidproduktionen blir.

5 Lägesrapport: Kopparkorrosion i syrefritt vatten

Mats Boman, Rolf Berger och Mikael Ottosson gav en lägesrapport efter sex månader från de kopparkorrosionsförsök i syrefri miljö som för närvarande genomförs vid Uppsala universitet, se bilaga C.

Bild – Cu i rent vatten. Efter 6 månader. Experimentaluppställning.

I kammaren placeras koppar och vatten i en glasbägare. Om kopparn korroderar bildas vätgas, som passerar genom palladiummembranet. Trycket ökar då. När försöket bryts är det möjligt att analysera bildade korrosionsprodukter.

Bild – Cu i rent vatten. Efter 6 månader. Varifrån kommer vätgas och korrosionsprodukter?

Olika mätmetoder används för att analysera olika parametrar i gasfas, vätskefas respektive fast fas. I gasfasen ger tryckförändringen över tid kunskap om reaktionskinetiken och masspektroskopi ger kunskap om gasfasens sammansättning. I vätskefasen ger ICP-MS kunskap om vilka positiva joner som finns närvarande. På ytan av den fasta fasen (koppar, palladium respektive glas) studeras utfällningar med hjälp av ERDA, XPS, ICP-MS, XRF och XRD.

Bild – Cu i rent vatten. Efter 6 månader. Resultat tryckexperimenten.

I försöket ”Main 1” placerades koppar och vatten i en glasbägare i en kammare. Kammaren förseglas med ett palladiummembran i en kopparpackning. Trycket ovanför palladiummembranet mäts.

I försöket ”Reference 1” finns bara vatten i en kammare och kammaren förseglades med ett palladiummembran i en kopparpackning. Trycket ovanför palladiummembranet mäts.

I försöket ”Reference 2” är försöksuppställningen identisk med ”Reference 1” med undantag av att kopparpackningen är utbytt mot en silverpläterad kopparpackning.

Bild – Cu i rent vatten. Efter 6 månader. Övre kammaren. Masspektrometer.

Ren vätgas har detekterats i den övre kammaren i alla tre försöken.

Bild – Cu i rent vatten. Efter 6 månader. Tillsats av vätgas i övre kammaren. Ref 1 och 2.

Det har visat sig att palladiumkopplingen läcker i sidled. Vätgas har tillförts i den övre kammaren för att kontrollera läckaget. Först skedde en tryckökning, sedan bidrog läckaget i sidled till en tryckutjämning.

Bild – Cu i rent vatten. Efter 6 månader.

Tillsatsen av vätgas i de övre kamrarna på referensförsöken visar kinetiken för hur läckaget sker genom palladiummembranet ut ur boxen.

Bild – Cu i rent vatten. Efter 6 månader. Sammanfattning tryckexperimenten.

Vätgas diffunderar in i den övre kammaren, vilket leder till en tryckökning på cirka 1 Torr per år för ”Main 1”. Vid ett totaltryck av 0,067 Torr diffunderar hela flödet av vätgas genom palladiummembranet ut i boxen.

Även referensförsöken genererar vätgas. Tillsats av vätgas i de övre kamrarna i referensförsöken 1 och 2 visar kinetiken hos flödet genom palladiummembranet ut i boxen.

Nya täta experimentuppställningar med dubbla tätningar har konstruerats. Tätningen består av en metallisk O-ring med rostfritt på vattensidan.

Bild – Cu i rent vatten. Efter 6 månader. Analys av Cu, H₂O och glas efter 6 månader.

Prov har tagits på vattnet i bägaren efter en månad, tre månader och sex månader.

Bild – Cu i rent vatten. Efter 6 månader. ICP-MS joner i vattnet efter en månad

(ICP-MS – Inductively Coupled Plasma Mass Spectrometry)

Efter en månad hittades joner från glasytan till exempel kisel, natrium, kalium, klorid och bor. Förnyade analyser har nu gjorts.

Bild – Cu i rent vatten. Efter 6 månader. ICP-MS Sammanställning [Cu].

Halten koppar i vattnet har ökat från 1,5 ppb efter en månad och 2,5 ppb efter tre månader till 5,5 ppb efter sex månader.

Bild – Cu i rent vatten. Efter 6 månader. ICP-MS

- [Cu²⁺] i H₂O är efter en månad låg, ~ 1.5 ppb
- Efter 6 månader är [Cu²⁺] ~ 5.5 ppb
- Övergångsmetallernas koncentration är låg, 1-2 ppb
- Utom [Zn²⁺] = 7 – 12 ppb.
- Vattnet innehåller mest Si (1300 ppb) och andra glasinnehållande element (K, Na, Ca, Cl, B) i koncentrationer under 200 ppb.
- Pd kunde inte detekteras.

Bild – Cu i rent vatten. Efter 6 månader. Sammanfattning ERDA

(ERDA–Elastic recoil detection analysis)

Ytkoncentrationerna av vätgas i kopparmetallen har analyserats. Koncentrationen minskar efter vätgasbehandling och värmebehandling, men ökar sedan efter en tid i rent syrgasfritt vatten. Vätgashalten i koppar uppgår till mellan 4 och 5 ppm H.

Bild – Cu i rent vatten. Pd efter 6 månader. Sammanfattning ERDA

Även palladiumet har undersökts. Vätgashalten uppgick här till cirka 40 ppm H.

Bild – Cu i rent vatten. Efter 6 månader. Smältanalys Cu 1 månad

Smältanalys har gjorts för att mäta hur mycket väte som frigörs. Resultaten är i samma storleksordning som vid ERDA-analysen. Inga förhöjda halter vid ytan kunde detekteras.

Bild – Cu i rent vatten. Efter 6 månader. XPS (ESCA) på kopparprover 1(4)

(XPS – X-ray Photoelectron Spectroscopy)

(ESCA – Electron spectroscopy for chemical analysis)

Signaler före experimentserien. Metallisk koppar och koppar(I)oxid ger samma utslag.

Bild – Cu i rent vatten. Efter 6 månader. XPS (ESCA) på kopparprover 2(4)

Kopparblecket efter polering är flerfasigt och innehåller koppar(II)föreningar. Efter vätgasbehandling visar provet enbart koppar(I) i form av metallisk koppar.

Bild – Cu i rent vatten. Efter 6 månader. XPS (ESCA) på kopparprover 3(4)

Det finns koppar(II) i provet, men det är omöjligt att avgöra från kopparsignalen om det rör sig om metallisk koppar. Det kan också vara Cu₂O.

Bild – Cu i rent vatten. Efter 6 månader. XPS (ESCA) på kopparprover 4(4)

Syresignalen är i stort sett oförändrad. Man kan avläsa spår av antimons från glaset vid vågländer nära syretoppen.

Bild – Korrosion av Cu. Efter 6 månader. Augerspektroskopi

Metoden bygger på jonisation med röntgenstrålning och påföljande elektronomlagringar i materialet. Elektronfördelningen i olika faser styr spektrumets utseende. De olika energinivåerna syns i spektrumet och ger möjlighet till fasanalys.

Cu i rent vatten. Efter 6 månader. Augerspektroskopi

Spektrum överensstämmer med litteraturdata för metallisk koppar. Det finns ingen Cu₂O närvarande.

Bild – XRF-mätningar av koppar på glasets yta 1(2)

XRF – Instrumentet använder germanium som sekundär strålningskälla, vilket ger en hög känslighet för koppar, motsvarande 0,01-0,02 nanometers tjocklek på ytan.

Bild – XRF-mätningar av koppar på glasets yta 2(2)

Kvantifieringen sker med hjälp av en standard med känd tjocklek. Bakgrundssignalen korrigeras mot ett ”blankt” material.

Bild – XRF Resultat, kopparmängder på glasets yta

De första sex månaderna ökade skiktets tjocklek från 0,2 till 0,6 nanometer, vilket motsvarar 0,2 nanometer per år.

Bild – Sammanställning och rimlighetsanalys. Summering av väte

Väte kan komma från många olika källor och ”bakas in” på många olika sätt.

Bild – Sammanställning och rimlighetsanalys. Summering av korrosionsprodukterna

En massbalans ger att det är 4×10^{-5} mol Cu som ska oxideras. Endast 3 procent av den producerade vätgasmängden gav detekterbara mängder korrosionsprodukter.

Bild – Slutsatser

Vätgas mäts upp. Frågan om varifrån vätgasen kommer har fortfarande inget svar. Det finns inget samband mellan korrosionsprodukter och vätgasbildning.

Allmän diskussion

Referensgruppen diskuterade för- och nackdelar med att evakuera tryckförsöket. Peter Szkalos menade att upprepade evakueringar skulle ge detekterbara mängder korrosionsprodukter. Allan Hedin framförde att det läckage som sker i princip utgör en kontinuerlig evakuering.

Det föreslogs att evakuering ska ske när 75 procents maxtryck uppnåtts, vilket motsvarar cirka 500 timmars drifttid.

Även materialvalet i glasbägaren diskuterades. Peter Szkalos ansåg att plast är att föredra.

Mats Boman meddelade att en rapport om tryckförsöken är under utarbetande och förväntas vara klar om några veckor. Rapporten skickas då ut till referensgruppen för synpunkter.

6 Artikel om processen med referensgruppen

Synpunkter har inhämtats från referensgruppens medlemmar. Kjell Andersson avser nu att skicka in artikeln.

7 Provtagning och analys av koppar från Prototypförvaret

Claes Taxén presenterade resultaten från analyserna av kopparmaterialet i de upptagna kapslarna nummer 5 och 6 i den yttre sektionen av Prototypförvaret, se bilaga D.

Bild – Provtagning från kapslarna

Kapslarna har varit deponerade i Prototypförvaret i cirka sju år. Kapsel 6 har dessutom legat ett tag i Äspötunneln innan den provtagits och analyserats. Borrningar i kapselmaterialet har på båda kapslarna genomförts i sex olika positioner: locket, långt upp på cylindern, mitt på cylindern, långt ner på cylindern, bottenhets och bottenplatta.

Bild – SEM-bilder, maximalt gropdjup

(SEM=svepelektronmikroskopi)

Provytorna har undersökts med svepelektronmikroskopi för att fastställa maximalt gropdjup. Kapsel 6 har något djupare gropar än kapsel 5. Det största gropdjupet uppgick till 6 mikrometer och återfanns på bottenplattan.

Bild – Ordna maximalt gropdjup i tabell

Uppmätta djup från kapseln i deponeringshål 5. Proven från bottenplattan uppvisar de största gropdjupen, medan proven från mitt på mantelytan uppvisar de lägsta djupen. Proven från locket intar ett mellanläge.

Bild – Extremvärdesanalys enligt Gumbel

Extremvärdesanalys är en statistisk metod, där man med hjälp av tidigare observationer kan uppskatta framtida extremvärden. Genom att extrapolera från relativt få antal observationer kan man dra slutsatser om en större helhet. Det går dock inte att extrapolera i tid.

Bild – Bestämning av extremvärdesparametrar

Extremvärdesparametrarna karakteriserar både nuvarande observationer och framtida scenarier. Hos kapsel 6 har bottenplattan störst gropdjup, cirka 6 mikrometer. Till skillnad från kapsel 5 har nummer 6 legat ett tag i tunneln innan analys. Detta kan förklara det något större gropdjupet (jämför föregående bild).

Bild – Tolkning av fördelningsfunktionen $F(x)$, kumulativ sannolikhet

Diagrammet visar sannolikheten för maximalt djup vid ytterligare en respektive ytterligare 100 observationer.

Bild – Sammanfattning

Extremvärdesanalys tillåter att ett begränsat antal observationer extrapoleras till ett större antal observationer. Data från extremvärdesanalysen är inte avsedda att extrapoleras i tid. Man kan försöka att extrapolera till maximalt gropdjup för en hel kapsel.

Bild – Slutsatser

- Resultaten är relativt samstämmiga för de båda undersökta kapslarna.
- Proven från bottenplattan uppvisar de största gropdjupen, cirka 6 mikrometer.
- Provet från mitt på mantelytan uppvisar de minsta gropdjupen.
- Provet från locket har inte exponerats för kompakterad bentonit och intar ett mellanläge avseende gropdjup.
- Kapsel från deponeringshål nummer sex har något djupare gropar än kapseln från deponeringshål nummer fem. Skillnaden är ungefär 10 procent.

Bild – Demonstration av (o)rimligheten i en extrapolation till en hel kapsel

Rimlighetsanalys av metoden kan göras på två sätt. Antingen kan man göra en extrapolation för varje delyta och sedan summera för hela kapselytan. Eller så struntar man i vilken del av kapseln som data kommer ifrån och summerar för hela kapselytan.

Bild – Extrapolationsfaktorer

Här har man mätt djupet, men inte vidden på gropen. I stället ansätter man olika gropvidder mellan 1 och 8 mikrometer för att se vilken inverkan det har.

Bild – Kapselns bottenyta (dh 5)

Extrapolation till hela kapselns bottenyta. Slutsatsen är att gropvidden har liten betydelse.

Bild – Hela kapseln (dh 5)

Extrapolation till hela kapseln. Inte heller här har gropvidden någon stor betydelse. De antaganden metoden vilar på verkar vara rätt så rimliga.

Bild – Alternativ teknik – Konfokal mikroskopi?

Konfokal mikroskopi är en ljusmikroskopteknik där endast en punkt belyses och undersöks åt gången. En bild byggs upp genom att objektet skannas punkt för punkt. Tekniken medger att avsevärt större ytor kan täckas vid varje observation.

Bild – Sammanfattning

Data som presenterats i denna undersökning är inte avsedda att extrapoleras i tid. Resultaten från kapslarna i deponeringshål 5 och 6 stämmer relativt bra överens och kan utgöra baslinjen efter tillverkning, deponering, exponering och upptag. Detta kan sedan jämföras med senare analyser av kapslar som exponerat längre tid. En sådan jämförelse ger tidsutvecklingen.

Allmän diskussion

Claes Taxén meddelade att synpunkter på rapport om kopparanalyser har inhämtats från referensgruppen. Rapporten är för närvarande på kvalitetsgranskning och ska därefter tryckas. Ytterligare en rapport om korrosionsmorfologi är under framtagande och beräknas vara klar inom några veckor.

8 Övriga frågor

Frågan om vid vilken tidpunkt dokument från referensgruppens möten ska bli offentliga diskuterades med anledning av framförda synpunkter från Johan Swahn, MKG. Kjell Andersson konstaterade att anteckningar och bilagor från referensgruppens möten offentliggörs när det interna remissförfarandet inom gruppen avslutats och dokumenten föreligger i sin slutversion. Referensgruppen stödde uppfattningen att detta förfarande ska gälla även fortsättningsvis.

9 Nästa möte

Nästa möte bestämdes till fredagen den 14 juni, klockan 9.00–15, på SKB:s kontor i Stockholm.

Mötet kommer bland annat att ägnas åt en lägesrapport från Uppsalaförsöken, nya resultat från ”gasförsök” utförda hos Microbial Analytics Sweden AB i Mölnlycke under ledning av Karsten Pedersen samt troligen Gunnar Hultquists uppskjutna presentation av SSM rapport 2013:07.

10 Avslutning

Kjell Andersson tackade alla för deras medverkan och avslutade mötet.