



## Rapport

Datum: 2021-03-10

Diariennr: SSM2021-1539

Dokumentnr: SSM2021-1539-1

Process: 3.1

Granskningsgrupp: Bo Strömberg, Michael Egan, Jinsong Liu, Henrik Öberg

Samråd: Johan Anderberg

Godkänd av: Ansi Gerhardsson

## Strålsäkerhetsmyndighetens granskning av SKB:s analys och rapportering av kopparkorrosionsresultat från försökspaketen A3 och S2 i LOT-projektet vid Äspölaboratoriet

### Sammanfattning

LOT (*Long term test of buffer material*) är en serie långtidsförsök som utförs av Svensk Kärnbränslehantering AB (SKB) i Äspölaboratoriet utanför Oskarshamn med syftet att utvärdera initiala omvandlingsprocesser som sker i bentonitlera, och i viss utsträckning för koppar. Försöksuppställningarna består av kopparrör med elektriska värmare omgivna av bentonitlera som har nedsänkts i tätade borrhål i tunnlar på ca 450 m djup. Fyra försökspaket (den så kallade A-serien) upphettades med värmeelement till en konstant temperatur på maximalt 120 °C medan för tre försökspaket (S-serien) användes en temperatur på maximalt 90 °C. Syftet med den senare serien försökspaket var att efterlikna den temperaturnivå som förväntas efter slutlig förslutning av ett slutförvar för använt kärnbränsle. Utöver de två försökspaket (S2 och A3) som SKB avslutade under hösten 2019, och som är föremål för Strålsäkerhetsmyndighetens (SSM) nu aktuella granskning, har ytterligare fyra försökspaket tidigare demonterats, utvärderats och avslutats. De så kallade pilotfaserna av försöket (A0, A1 och S1) bröts redan efter drygt ett år, och ytterligare ett försök (A2) bröts efter ungefär sex år. Resultaten från dessa försök har tidigare beaktats av SSM i beredningen av SKB:s tillståndsansökan om slutförvar för använt kärnbränsle [1]. Den sista etappen (S3) planeras av SKB för närvarande att brytas 2023.

Resultat från analys av exponerade kopparytor från försökspaketen S2 och A3 publicerades av SKB hösten 2020 [2]. SSM:s granskning av SKB:s arbete avser två perspektiv på dessa försök: dels SKB:s projektstyrning och kvalitetssäkring i samband med försöken, dels en analys av de korrosionsprocesser som skett under försöket och hur sådana resultat påverkar säkerhetsanalysen för ett slutförvar av använt kärnbränsle.

SSM bedömer att SKB:s dokumenterade procedurer för genomförandet av upptag, provtagning och analyser av LOT S2 och A3 är lämpligt utformade. Vidare bedöms resultaten från försöken vara tillförlitliga och av hög kvalitet. Korrosionens totala omfattning, med någon eller några få µm för korrosionskuponger (platta, mindre

kopparbitar) inbäddade i bentonitlera och ungefär 5-15 µm för de initialt mer exponerade centrala kopparrören vid förhöjd temperatur, är likvärdig med den korrosionsomfattning som observerades i de tidigare LOT-experimenten där koppar exponerades under betydligt kortare tid i en slutförvarsliknande miljö. Defekter och ojämnheter som dels kan ha sitt ursprung i mekanisk bearbetning, dels kan härröra från ojämna korrosionsangrepp, omfattar några tiotal µm. Enligt SSM:s bedömning är resultaten från LOT-försöken i linje med vad som kan förväntas baserat på etablerad kunskap kring korrosionsprocesser för koppar i den slutförvarsmiljö som skulle råda tiden direkt efter slutlig förslutning.

### **LOT-försökens betydelse för SKB:s säkerhetsanalys i ansökan om slutförvar**

Den 16 mars 2011 lämnade SKB in ansökningar om tillstånd att få bygga en inkapslingsanläggning och ett slutförvar för använt kärnbränsle. Efter en omfattande granskning och flera kompletteringar av underlaget tillstyrkte SSM, som beredande myndighet enligt kärntekniklagen, SKB:s ansökan och överlämnade i januari 2018 ärendet till regeringen. Som framgår ovan har resultaten från tidigare upptagna LOT-försök, liksom andra vetenskapliga studier och experiment, vägts in i SSM:s granskning av SKB:s säkerhetsanalys i ansökan.

Mot bakgrund av mark- och miljödomstolens yttrande till regeringen i januari 2018 [3] kompletterade SKB sin ansökan med ytterligare underlag om ett antal processer med koppling till kopparkapselns långsiktiga beständighet [4]. Efter granskning av det kompletterande underlaget bedömde SSM, i yttrande till regeringen i september 2019, att SKB på ett tillfredsställande sätt utrett och svarat på domstolens specifika frågor om kapselns integritet med avseende på degraderings- och korrosionsprocesser [5]. SSM ansåg att SKB underbyggt, och i och med kompletteringen förstärkt, slutsatserna i ansökans säkerhetsanalys och visat att de utredda processerna har en liten påverkan på slutförvarets sammantagna skyddsförmåga.

SSM delar mark- och miljödomstolens konstaterande att kopparkapseln har en mycket betydelsefull roll för att långsiktigt kunna upprätthålla slutförvarets skyddsförmåga. Motsvarande synpunkter har även framförts av de miljöorganisationer, liksom två korrosionsforskare, som har bidragit med underlag och kommentarer till SSM under såväl granskningen av LOT-försöket som under myndighetens beredning av prövningsärendet. I sammanhanget måste samtidigt särskilt beaktas att kapseln tillsammans med den inneslutande lerbufferten och omgivande berggrund upprätthåller samverkande barriärfunktioner i ett slutförvarssystem, vilket behöver vägas in vid den samlade bedömningen av slutförvarets långsiktiga säkerhet och påverkan på människors hälsa och miljön. Som framgår av SSM:s tidigare yttranden till regeringen är myndighetens bedömning att SKB på ett godtagbart sätt visat att slutförvarssystemets referensutformning som helhet är robust och att det s.k. riskkriteriet kan uppfyllas med betydande säkerhetsmarginaler. SKB:s föreslagna plats bedöms vara lämplig och den ansökta metoden genomförbar med avseende på förutsättningarna att uppfylla högt ställda krav på strålsäkerhet efter förslutning. Resultaten från föreliggande granskning av SKB:s senast upptagna etapper i LOT-försöket föranleder ingen annan slutsats.



## Innehåll

Sammanfattning.....	1
1 Bakgrund.....	5
2 Syfte med SSM:s granskning.....	6
3 Granskningens genomförande .....	6
4 LOT-försökens utformning och resultat från sedan tidigare avslutade etapper .....	8
4.1 SSM:s tidigare granskningar av LOT-försöken.....	11
4.2 SSM:s bedömningar av LOT i samband med tillståndsprovning .....	12
5 Betydelsen av korrosion för slutförvarets utformning och skyddsförmåga .....	13
6 SKB:s redovisning .....	14
6.1 Projektstyrningsmodell och kvalitetssäkring av LOT.....	14
6.1.1 Generella krav på projektstyrning, utvärdering, erfarenhetsåterföring samt informationshantering .....	15
6.1.2 Generellt om aktiviteter inom Äspölaboratoriet .....	16
6.1.3 Specifik planering och övergripande organisatoriska frågor kopplade till upptag och analys av LOT S2 och A3 .....	17
6.1.4 Detaljerade arbets- och metodbeskrivningar som har tillämpats under LOT-projektet .....	18
6.1.5 Hantering och kvalitetsgranskning av data .....	19
6.1.6 Granskning och kvalitetssäkring av SKB rapporter.....	20
6.1.7 Kvalitetsfrågor som rör insatser utförda av externa leverantörer.....	21
6.2 SKB:s sammanfattning av resultat från drift, upptag och analyser av LOT S2 och A324 .....	
6.3 SKB:s sammanfattning av diskussion och slutsatser kring korrosion under LOT S2 och A3 .....	28
6.3.1 Analyser av korrosionsprodukter .....	28
6.3.2 Omfattning av korrosion.....	29
6.3.3 Morfologi för korrosionsprodukter och korroderade kopparytor.....	30
7 Extern granskning av SKB:s LOT-projekt upptag och utvärdering av LOT S2 och A3 utförd av Galson Sciences.....	31
8 Inkomna synpunkter från Miljöorganisationernas Kärnavfallsgranskning (MKG), Miljöorganisationernas kärnavfallssektariat (Milkas) och två korrosionsforskare.....	32
8.1 Den första skrivelsen från MKG (SSM2020-5740-8).....	33
8.2 Den andra skrivelsen från MKG (SSM2020-5740-16).....	34
8.3 Den tredje skrivelsen från MKG (SSM2020-570-32).....	36
8.4 Den fjärde skrivelsen från MKG (SSM2020-5740-48) .....	37
8.5 MKG:s synpunkter på SSM:s arbete med kvalitetsgranskning av SKB:s LOT-försök (SSM2020-5740-34).....	37
8.6 Skrivelsen från Miljöörelsens kärnavfallssektariat Milkas (SSM2020-5740-47) .....	37
8.7 Den första skrivelsen från korrosionsforskarna (SSM2020-5740-19).....	37
8.8 Den andra skrivelsen från korrosionsforskarna (SSM2020-5740-43) .....	38



9	SSM:s Bedömningar .....	38
9.1	Bedömning av organisatoriska frågor, projektstyrning och kvalitetssäkring.....	38
9.1.1	LOT-projektets organisatoriska upplägg .....	38
9.1.2	Användning av externa utförare.....	39
9.1.3	Rapportering .....	40
9.1.4	Kontext för projekt brytning och utvärdering av LOT i SKB:s program ..	40
9.1.5	Myndighetens beaktande av inkomna synpunkter med avseende på organisatoriska frågor .....	41
9.2	Bedömning av resultat från korrosionsdelen av LOT S2 och A3 .....	42
9.2.1	Korrosionens omfattning .....	42
9.2.2	Korrosionsreaktioner.....	43
9.2.3	Korroderade ytors egenskaper .....	46
9.2.4	Generella slutsatser kring betydelsen av försök av typen LOT .....	47
9.2.5	Myndighetens beaktande av inkomna synpunkter med avseende på resultat från korrosionsdelen av LOT S2 och A3 .....	47
10	Sammanfattande slutsatser .....	51
	Referenser .....	54
	Bilagor .....	58
	Bilaga 1: SKB interna dokument – Instruktioner/styrande dokument m.m. ....	59
	Bilaga 2: Minnesanteckningar möten SKB, SSM och Galson Sciences Ltd .....	61
	Bilaga 3: Minnesanteckningar SSM:s besök vid RISE/Swerim .....	101

## 1 Bakgrund

Strålsäkerhetsmyndigheten (SSM) sammanfattar i detta PM sin granskning av de nyligen avslutade faserna S2 och A3 i SKB:s så kallade LOT-försök som har genomförts i Äspö-laboratoriet. Granskningen genomförs som en del av SSM:s granskning av framdriften i SKB:s program för forskning, utveckling och demonstration av lösningar för slutligt omhändertagande av använt kärnbränsle och kärntekniskt avfall (Fud-program).

Beträffande SSM:s tidigare Fud-granskningar har olika typer av insatser utförts av myndigheten i syfte att underbygga denna typ av granskning. Dessa har innefattat såväl granskningar av SKB:s verksamhet som egeninitierad forskning.

SSM:s granskning av SKB:s tillståndsansökan för ett slutförvar för använt kärnbränsle vid Forsmark sammanfattas i SSM:s yttrande till regeringen 2018 [6]. I den tillhörande granskningsrapporten som avser SKB:s redovisning av långsiktig strålsäkerhet för tiden efter slutförvarets slutliga förslutning kommenterade SSM (bl.a.) de vid denna tidpunkt avslutade faserna av LOT-försöken, respektive ett antal andra liknande försök (avsnitt 4.10.9 i [1]).

SSM:s sakgranskning av vetenskapliga och tekniska frågor i SKB:s program har vid olika tillfällen kompletterats med granskningar av SKB:s projektorganisation, dokumentation av undersökningsmetoder, planeringsverktyg för datainsamling, kvalitetssäkring m.m. Ett särskilt stort behov av denna typ av granskning uppstod i samband med SKB:s platsundersökningar under åren 2002-2008. Den omfattande mätverksamheten och datainsamlingen medförde höga krav på tillämpningen av spårbara och väldokumenterade arbetsmetoder. SSM har också vid några tillfällen haft ett särskilt fokus på spårbarhetsfrågor och kvalitetssäkring av säkerhetsanalyser, senast i samband med granskningen av säkerhetsanalysen SR-Site [7-8] som utgjorde en viktig del av SKB:s ansökan att få uppföra ett slutförvar för använt kärnbränsle vid Forsmarksplatsen. SSM har även tidigare genomfört motsvarande granskning av SKB:s fältförsök vid Äspölaboratoriet [9-11]. Den föreliggande granskningen ska ses som en fortsättning av SSM:s tidigare granskningsinsatser med syftet att utveckla kunskap kring SKB:s kvalitetsarbete och myndighetens förmåga att granska kommande uppdaterade säkerhetsanalyser and planer inför konstruktion och uppförande av slutförvar.

Mark- och miljödomstolen efterlyste i sitt yttrande avseende SKB:s tillståndsansökan enligt miljöbalken ytterligare information om fem olika aspekter av kopparkorrosion [3]. Regeringen gav som en följd av detta SKB möjlighet att komplettera sitt underlag [4], varpå SSM granskade dessa nya resultat [5]. De fem punkter som domstolen önskade att få ytterligare belysta är:

1. Korrosion på grund av reaktion i syrgasfritt vatten.
2. Gropkorrosion på grund av reaktion med sulfid, inklusive saunaeffektens inverkan på gropkorrosion.
3. Spänningskorrosion på grund av reaktion med sulfid, inklusive saunaeffektens inverkan på gropkorrosion.
4. Väteförsprödning.
5. Strålningens inverkan på gropkorrosion, spänningskorrosion och väteförsprödning.

LOT-försöken tillför i sig inte någon ny explicit information kring någon av de fem uppräknade punkterna, bl.a. mot bakgrund av att försöken inte ursprungligen utformades för sådana ändamål (se SSM:s övergripande bedömningar av tidigare LOT-försök nedan). Särskilt viktiga frågor inom LOT-försöken är istället detaljerad förståelse för bentonit-omvandlingar under initialt förhöjda temperaturer, och kopparkorrosion i direkt anslutning till försegling av deponeringstunnlar. För punkterna 2 och 3 som avser sulfidkorrosion av



koppar har nya försök gjorts som simulerar sulfidmiljön genom extern tillförsel av kontrollerade mängder sulfid [12-14]. Beträffande punkt 5 som avser strålningsinducerad korrosion som förekommer under de första hundratalen åren i slutförvarets utveckling sker särskilda försök i syfte att studera korrosion med ett extern pålagt gammastrålfält [15]. Ingen gammastrålning har förekommit i samband med LOT-försöken och aspekter som rör denna typ av process adresseras således inte inom ramen för denna granskning.

En hypotes som har framförts är att korrosion som sker under LOT-försöken kan förklaras som en reaktion mellan koppar och vattenmolekyler (se nedan). Väteförsprödning skulle kunna ske som en följd av denna korrosionstyp genom upptag av från processen bildat väte i koppar. SSM kommer därför i denna rapport att översiktligt beröra dessa båda processer i samband med deras eventuella koppling till LOT-försöken (dvs. punkterna 1 och 4 ovan).

SSM har, bl.a. baserat på resultat från tidigare faser av LOT samt andra liknande försök, gjort bedömningen att de resultat som tidigare erhållits har varit förväntade och inte avviker från de premisser som förutsatts inom SKB:s säkerhetsanalys (avsnitt 4.10.9 i [1]). Generellt för fältförsök är att resultaten endast kan tolkas tillförlitligt tillsammans med en större informationsmängd från mera grundvetenskapligt inriktade studier. SSM avser inte att här beröra de resultat från LOT S2 och A3 som avser bentonitfrågor eftersom dessa resultat ännu inte har färdigställts och rapporterats. Den sista fasen av SKB:s LOT-försök S3 är fortfarande i drift och kommer enligt SKB:s preliminära plan att pågå fram till 2023.

## 2 Syfte med SSM:s granskning

Syftet med denna granskningsinsats är i första hand att utvärdera och skapa förståelse för SKB:s procedurer för att säkerställa kvalitet i genomförande och tillförlighet vad gäller rapporteringen från experimentell fältverksamhet. Detta arbetsmoment utgör en fortsättning och uppföljning av tidigare granskningar av SKB:s experimentella verksamhet vid Äspölaboratoriet. En sådan insats utgör också en förberedelse för en kommande granskning av motsvarande experimentella försöksverksamhet som skulle behöva genomföras på förvarsdjup vid ett slutförvar vid Forsmark. SSM analyserar och diskuterar i föreliggande rapport även resultatens betydelse i kontexten av SKB:s säkerhetsanalys för det planerade slutförvarets långsiktiga strålsäkerhet efter slutlig förslutning.

## 3 Granskningens genomförande

SSM:s egeninitierade granskning har tagit stöd av en extern granskning utförd av Galson Sciences Ltd [16]. De båda granskningarna (intern och extern) har utgått från samma material, men de har haft något olika inriktning. SSM har gått något djupare i försökens övergripande betydelse, medan den externa granskningen i högre grad har adresserat försökets genomförande, rapportering och detaljerade utformning.

En förenklad riktad upphandling genomfördes inledningsvis för den externa granskningen (ssm2020-3872), vilket resulterade i två inkomna anbud. Det vinnande anbudet från Galson Sciences Ltd motiverades av erfarenhet från liknande tidigare granskningar av SKB på uppdrag av SSM. Dessa tidigare uppdrag har haft specifik koppling till LOT-försöken och andra försök vid Äspölaboratoriet [9-11], såväl som andra områden med koppling till kvalitetsfrågor [7-8].

I inledningsskedet av granskningen genomfördes uppstartsmöten med såväl Galson Sciences som SKB för att definiera granskningsuppdragets förutsättningar och inriktning. SKB presenterade sin verksamhet och organisation för LOT S2 A3 uppdraget. Ett möte genomfördes även med Miljöorganisationernas kärnavfallsgranskning (MKG),

Naturskyddsföreningen (SNF) och korrosionsforskarna Peter Szakálos och Christofer Leygraf, under vilket olika kritiska frågeställningar kopplade till SKB:s LOT-försök lyftes fram. Under detta möte deltog också SSM:s externa experter. Även miljöorganisationen Milkas kom vid ett senare tillfälle in med synpunkter kring LOT-försöken. SSM har totalt mottagit fyra skrivelser från MKG, en från Milkas och två från de båda korrosionsforskarna.

SSM:s granskning har i första hand utgått från SKB:s senaste rapporter om LOT-försöken som innehåller information om monitorering och demontering av LOT S2 och A3 respektive resultat från undersökningar av korroderade kopparytor [17, 2]. SKB har också tillhandahållit interna instruktioner/styrande dokument om SKB:s generella processer, arbetsmetoder kopplade till analyser, provtagning och provberedning etc. Dessa dokument finns sammanställda i bilaga 1, och finns diarieförda i SSM:s diarium (SSM2020-5740). De flesta styrdokumenterna är på svenska och de översättningar till engelska som behövdes för konsultgranskningen gjordes av konsultbolaget på egen hand.

Ett mindre antal relevanta dokument har inte lämnats ut av SKB utan har betraktats som SKB-interna dokument. SKB:s skäl att inte lämna ut dokumenten är att materialet innehåller uppgifter om SKB:s relationer med externa parter, konkurrenskänslig information m.m. (se bilaga 1). Dokumenten innefattar SKB:s kommunikationsplan och risklista för LOT, beställningar till RISE/Swerim (de bolag som på SKB:s uppdrag har genomfört undersökningar av kopparmaterialet), en revision som SKB har gjort hos bolagen, samt protokoll och besluts-PM för ett styrgruppsmöte för LOT-projektet. Dessa har översiktligt gått igenom av SSM:s personal i samband med ett studiebesök som anordnats av SKB.

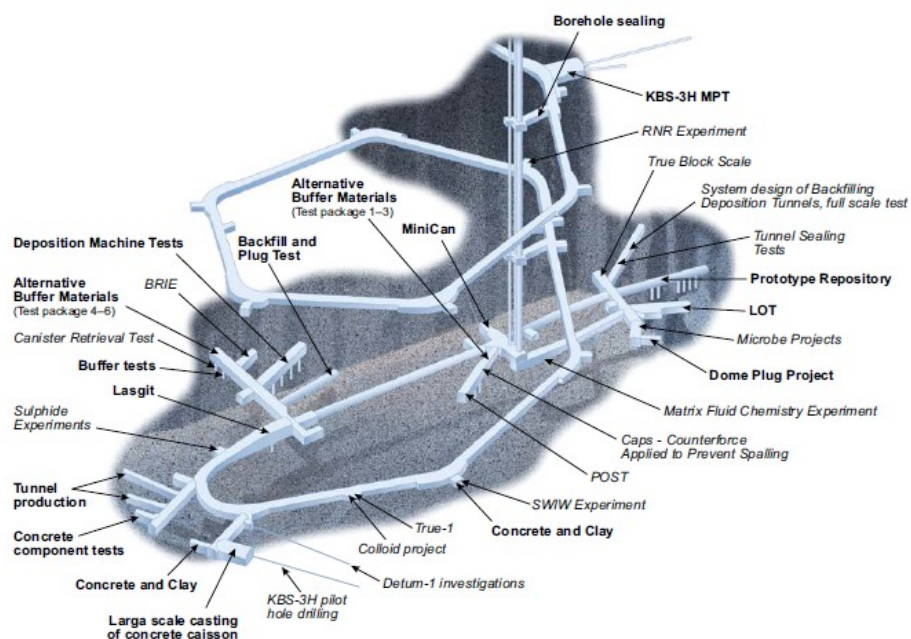
En viktig del av SSM:s projekt är de granskningsmöten som har hållits med deltagare från SSM, Galson Sciences och SKB. Innan varje möte fick SKB en uppsättning skriftliga frågor som sammanställts av SSM och Galson Sciences. Under mötet presenterade SKB bakgrund och sina huvudsakliga ståndpunkter och argument med avseende på frågorna. Därefter följde uppföljande frågor och diskussion. SKB tog fram minnesanteckningar som reviderades efter kommentarer från SSM och Galson Sciences. De slutliga fastställda anteckningarna från de tre granskningsmötena återfinns i bilaga 2. De frågor som hanterades under tre mötena överlappade delvis med varandra men mötena hade tre skilda huvudsakliga inriktningar:

1. SKB:s ledning och styrning av projektet, skriftliga instruktioner, kvalitetsarbete och kvalitetssäkring.
2. SKB:s demontering, provtagning, provhantering och bearbetning, samt mikroskopiska undersökningar och kemiska analyser.
3. Tolkning av försöksresultat, förståelse av korrosionsprocesser, samt betydelse för ett slutförvars långsiktiga strålsäkerhet.

En stor andel av de arbetsinsatser som gjorts vid upptag, demontering och analys av LOT S2 och A3 har genomförts av externa leverantörer till SKB. De viktigaste är Uppländska Bergborrning AB, Clay Technology AB, samt RISE KIMAB AB (fortsättningsvis kallat RISE). Det sistnämnda bolaget har samarbetat med Swerim AB som genomfört delar av analysarbetet. SSM genomförde som en del i att förbättra förståelsen för de externa leverantörernas arbete ett besök vid RISE/Swerim som håller till i Kista utanför Stockholm. Besöket började med att SSM ställde frågor kring bolagets historik, verksamhetsområden och tidigare samarbeten med SKB. RISE/Swerims arbetsmetoder, kvalitetsystem, och certifiering enligt olika standarder (främst ISO 9001) diskuterades även under mötet. Därefter förevisades laboratorierna (som delas av de båda bolagen Swerim och RISE). De moment som särskilt förevisades var betning av prover, XRD (röntgen-diffraktion), SEM-EDS, GDOES, TEM och LOM (optisk mikroskopi). SSM förevisades

också de analyserade proverna från LOT som bestod av exponerade korrosionskuponger (som vid besöket studerades i mikroskop), samt exponerade itusågade bitar från det centrala kopparröret. Samtliga exponerade kopparprover sågs vara belagda med en tunn film med något olika färgnyanser. SSM:s minnesanteckningar från besöket vid RISE/Swerim återfinns i bilaga 3.

Granskningsmötena genomfördes av en grupp från SSM på fyra personer från slutförvarsenheten, handläggarna Michael Egan, Jinsong Liu, Bo Strömberg och Henrik Öberg.



**Figur 1.** Försök i SKB:s Äspölaboratorium. Försöken avser tekniska barriärer, bergets egenskaper samt demonstration av slutförvarsteknologi. (Källa SKB)

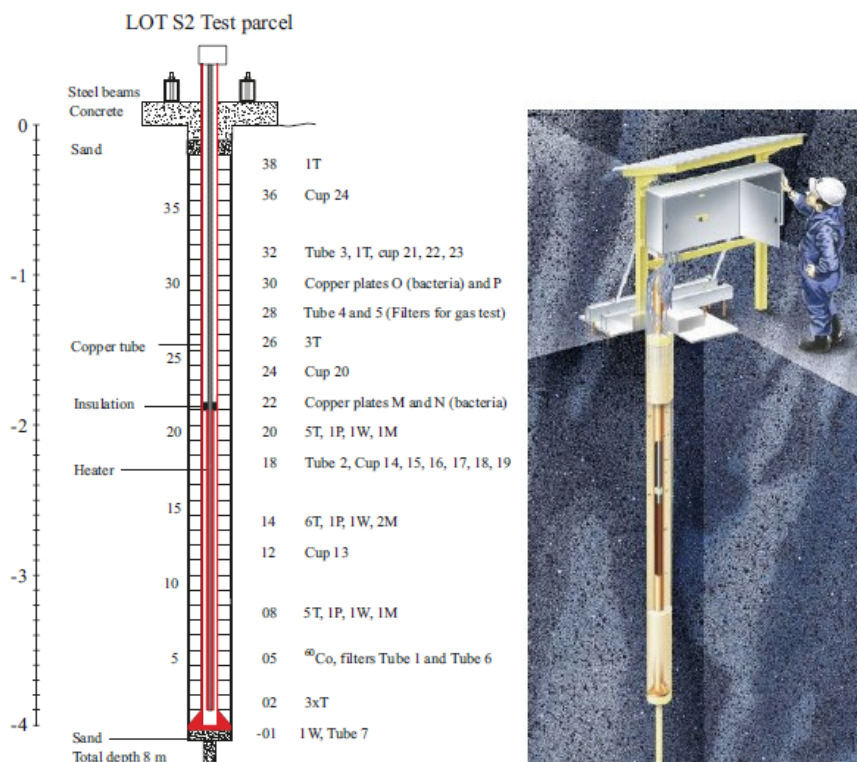
## 4 LOT-försökens utformning och resultat från sedan tidigare avslutade etapper

LOT-försöket är ett av totalt ett tjugotal experimentella studier i SKB:s Äspölaboratorium som har utförts med målsättningen att skapa förståelse och erfarenheter kring ett KBS-3-slutförvars uppförande och långsiktiga utveckling [18]. Ungefär hälften av försöken är primärt inriktade på de tekniska barriärer som ingår i konceptet (kapsel och buffert), och hälften på den naturliga bergbarriären. LOT står för *Long-term test of buffer material* och som framgår av namnet var fokus ursprungligen buffertmaterialet, även om målsättningar kring studier av kopparkorrosion också definierades på ett tidigt stadium [19]. Försöket, som utförts på 450 m djup i berget, består av en serie av testpaket med kopparrör och bentonitbuffert där den initialt förhöjda temperaturen som skulle förekomma i ett slutförvar som följd av det använda kärnbränslets resteffekt simuleras med elektriska värmare. Försökets dimension är jämförbart med ett fullstort deponeringshål för ett KBS-3 förvar i höjddled med ett totalt djup på 4 m som också är det centrala kopparrörets längd, men är i axiell led avsevärt reducerat med en diameter på det centrala kopparröret på 10 cm och



omgivande bentonit med en tjocklek på 9 cm. Detta kan jämföras med en diameter på ca 1,05 m för en fullstor kopparkapsel och en 35 cm tjock fullstor bentonitbuffert.

Figur 2 visar en schematisk bild över ett av försökspaketet i LOT-experimentet. LOT-försöken består av två serier S- och A- där S står för ”standard” och A ”adverse” och dessa syftar på betingelser i deponeringshålen. Den mest betydelsefulla skillnaden är att temperaturen i A-försöken har uppgått till maximalt 120-150°C, vilket är betydligt högre än vad som förväntas i ett verkligt slutförvar. Syftet här är att påskynda temperaturberoende kemiska reaktioner, vilket i teorin förlänger den period i slutförvarets utveckling som försöket täcker in. S-försöken däremot har utförts under temperaturer på maximalt 90°C, vilket är mera representativt för förväntade slutförvarsförhållanden.



**Figur 2.** Bilden till vänster visar LOT försökets utformning med bl.a. kopparrör omgivet med bentonitblock, utplacering av korrosionskuponger, samt elektrisk värmare i de två nedersta 2 m av försöket. Bilden till höger visar förutom försöket kontrollutrustningen i den ovanliggande tunneln (Källa SKB).

LOT-försöken utrustades med ett antal termoelement för att kunna följa temperaturen under försöket. Styrningen genomfördes genom att reglera de elektriska värmarnas effekt. Dessutom utrustades försöken med sensorer för mätning av totalt tryck (inuti bentonit respektive i vattenfasen) och relativ fuktighet. Det bekräftades genom mätningarna att temperaturen maximalt uppgick till 130°C under A2-försöket i den del av bentonitblocken närmast den elektriska värmaren som placerats inuti den nedre halvan av kopparröret [20]. I den övre delen av samma försök var temperaturen bara måttligt förhöjd i jämförelse med omgivande berg, cirka 20-30°C. För att snabba på mättnadsförloppet för de installerade bentonitblocken tillfördes grundvatten till LOT-hålen från ett vattenförande närliggande borrhål in i berget.

Den nu aktuella diskussionen om LOT-försöken har sin grund i att två försökspaket, benämnda LOT S2 och A3, togs upp och analyserades under hösten 2019 efter 20 års exponering i en slutförvarsliknande miljö [2, 17]). SKB:s rapporterade resultat från dessa försök sammanfattas i avsnitt 6.2. Den huvudsakliga fasen av experimenten som installerades i slutet av 90-talet omfattar fyra försökspaket varav ett benämnt LOT A2 demonterades efter ungefär sex års exponering [20]. Kvar i berget finns det sista försökspaketet, benämnt LOT S3, som enligt SKB:s nuvarande planer kommer att avslutas 2023. Tidigare genomfördes även en pilotfas för att skaffa sig erfarenheter kring försöksupställningen, under vilka flera LOT-experiment demonterades och analyserades efter endast ett till två års exponering LOT A0, A1 och S1 [21].

För studier av kopparkorrosion användes i samtliga försök kopparkuponger. Dessa kopparkuponger (platta mindre kopparbitar) invägdes med hög precision innan de inplacerades centralt i bentonitblocken vid starten av försöken. Totalt finns fyra kuponger för varje experiment (totalt åtta för både S2 och A3), två vardera på två olika höjdnivåer i experimenten. Det finns också två referenskuponger som ska efterlikna de exponerade kupongerna men som förvarats torrt i rumstemperatur under den tid som försöket har pågått. Korrosionens omfattning har mätts genom att jämföra vikten på kopparkupongerna före respektive efter exponeringen under försöken. Kupongerna finns, som nämnts ovan, på två nivåer i försöken, dels på ca 1 m djup, dels på ca 2 m djup. Eftersom den elektriska uppvärmningen endast sker i den nedre delen av försöksupställningen skapas temperaturskillnader i höjddled, vilket innebär att kuponger på olika djup exponeras för olika temperatur. Även kopparröret har använts för att studera korrosion under försökets gång, men här går det inte att genomföra noggranna viktmätningar för att avgöra korrosionens omfattning. Korrosionens omfattning kan dock approximativt bestämmas även för kopparröret genom att mäta kopparhalten i den bentonitlera som varit i kontakt med korroderande kopparytor på röret. Rören är också, i motsats till kupongerna, tillverkade av en annan kopparkvalité (SS 5015-04) än den typ av koppar som avses användas vid kapseltillverkning (Cu-OFP). Förutom att mäta korrosionens omfattning angavs även andra målsättningar i den ursprungliga planeringen av LOT [19], exempelvis identifikation av korrosionsprodukter, och analyser av eventuell gropfrätning (punktformiga korrosionsangrepp).

De viktigaste resultaten från korrosionssynpunkt som har varit känt innan de nuvarande experimenten LOT S2 och A3 avslutades kan sammanfattas i följande punkter:

- Gravimetriska mätningar av vikt förluster för kopparkuponger indikerar en medelkorrosionshastighet för kopparkupongerna på maximalt 4 µm per år för försök som varit i drift 1-2 år [21-22] och < 0,5 µm per år för sexårsförsöket A2 [20].
- Korrosionsprodukter som har kunnat identifieras genom röntgendiffraktionsmätningar innefattar främst kuprit (Cu<sub>2</sub>O) och paratakamit (Cu<sub>2</sub>(OH)<sub>3</sub>Cl).
- Mikroskopiundersökningar av exponerade kopparytor visar tendenser till ojämna korrosionsangrepp, dock utan tydliga tecken på gropfrätning [20]. Vissa observerade gropar härrör sannolikt från tillverkningsprocessen snarare än korrosion.
- Det konstaterades även att koppar som korroderat från det centrala röret trängt in på ett betydande sätt i den omgivande bentoniten under den sexårsperiod som A2 var i drift (appendix 3 och 7 i [20]). Genom att integrera kopparkoncentrationer i bentonit från olika avstånd från centralröret erhöles en totalmängd koppar i bentonit. Korrosionens omfattning under det sexåriga försöket för den varma delen av det centrala kopparröret uppskattades baserat på denna information till ca 9 µm, och endast någon µm för den kalla delen [23]. Denna typ av mätning och analys för det centrala kopparröret genomfördes inte för de kortare pilotfaserna.

#### 4.1 SSM:s tidigare granskningar av LOT-försöken

SSM och Statens Kärnkraftinspektion (SKI), har vid tre tidigare tillfällen initierat extern granskning av SKB:s fältförsök vid Äspölaboratoriet, inklusive LOT-försöken och till dessa relaterad laboratorieverksamhet:

- Hicks, T.W. (2007) Review of Quality Assurance in SKB's Repository Research Experiments, SKI Report 2007:11 [9].
- Baldwin T.D., Hicks T.W. (2010) Quality Assurance Review of SKB's Copper Corrosion Experiments, SSM Research Report 2010:17 [10].
- Hicks T.W. (2015) Quality Assurance in SKB's Copper Corrosion Experiments, SSM Research Report 2015:29 [11].

Vid samtliga tillfällen har syftet varit att få en överblick över styrkor och svagheter i SKB:s procedurer och arbetssätt snarare än att genomföra renodlad sakgranskning av de resultat som erhållits.

I den första granskningen [9] gjordes en systematisk sammanställning (Appendix A) av ursprungliga syften, utformning, experimentella procedurer och utförande, samt analys, rapportering och användning av resultat från olika typer av experiment: *Temperature Buffer Test* (TBT) [24], *Large scale gas injection test* (Lasgit) [25], LOT [21], prototypförvaret [26], samt diverse laboratorieförsök. En slutsats från dessa granskningar är att parametrar som mättes i samband med laboratorieförsök oftast användes direkt för att underbygga beräkningar i säkerhetsanalyser, medan resultat från fältförsöken i huvudsak bidrog till övergripande förståelse och möjlighet att underbygga olika antaganden som utnyttjas i säkerhetsanalysen.

Fältförsöken var i de flesta fall baserade på internationellt samarbete med kärnavfallsorganisationer i andra länder. Ansvaret för att ha hand om den praktiska driften av fältexperiment var vid denna tidpunkt delegerat av projektens sponsorer till externa leverantörer (Clay Technology AB för LOT, TBT, Prototyp; British Geological Survey för Lasgit). Pilotfaser och förstudier gjordes för att testa experimentuppställningar och minimera projektrisker. Kvalitetssäkringsprogram tillämpades både av SKB och utsedda externa leverantörer, vilka innefattade instruktioner kring bl.a. planering, genomförande samt dokumentation av resultat inklusive rapportering till SKB:s centrala databas Sicada. Det framgick dock att vid tidpunkten för den första granskningen hade sådana program i något fall nyligen införts. Författaren noterade också avsaknaden av en tydlig plan för hur kommande försöksresultat förväntades underbygga SKB:s vid den tidpunkten kommande säkerhetsanalyser och den kommande ansökan.

Den andra granskningen [10], som gjordes tiden just innan SKB lämnade in sin ansökan om att få bygga ett slutförvar för använt kärnbränsle, fokuserades på ett snävare urval av experiment och avsåg enbart korrosionsfrågor (LOT, Minican). En checklista gick igenom, liksom i den första granskningen, för att få mera information om de arbetsmoment som inverkade på slutresultaten. Slutsatsen var att SKB och dess leverantörer (Clay Technology AB, Serco) tillämpade ändamålsenliga aktivitetsplaner och kvalitets-säkringsåtgärder i samband med dessa försök. Det noterades dock att ett visst antal mätpunkter ur en mera omfattande datamängd som tagits fram i samband med Minican-försöken, som bedömts vara uppenbart felaktiga och orsakade av ej fungerade mätutrustning, utelämnades i SKB:s rapportering [27]. Detta bedömdes vara en avvikelse från vedertagen vetenskaplig praxis. SSM kan dock inte se att det fanns någon avsiktlig intention att dölja resultat eftersom de redovisades för SSM under ett granskningsmöte. Frågan har bl.a. bäring på vikten av kommunikation och en tydlig arbetsuppdelning mellan SKB och dess externa leverantörer.

Som en del av den andra granskningen genomfördes ett telefonmöte mellan författarna och MKG:s kanslichef (25/11 2009). De farhågor kring försöken som MKG tog upp vid detta tillfälle överensstämmer i princip med de som framförts nyligen (se avsnitt 8.), dvs. att syre som finns tillgängligt i början av LOT-försöken kan ha förbrukats snabbt, och att de konstaterade korrosionsangreppen kan bero på en anoxisk korrosionsmekanism. En annan observation avsåg den långa tid som förflöt mellan försöksavslut och rapportering för LOT faserna A0 och A2.

Den sista granskningen i listan ovan [11] genomfördes som en del av SSM:s tillståndsprovning. Fokus var på uppföljning av vissa frågor från de tidigare granskningarna, och flera andra korrosionsförsök som SKB arbetat med togs upp för första gången, bl.a. laboratorieförsöken för att utreda frågan kring en eventuell mekanism för korrosion av koppar i syrgasfritt vatten, och andra experiment med atmosfärisk korrosion av koppar [28]. En generell slutsats från granskningen var att senare SKB-rapporter vid tidpunkten för granskningen ägnade en större uppmärksamhet åt kvalitetssäkring och dokumentationskrav i förhållande till tidigare SKB-rapporter.

Försöksresultaten utgjorde, som tidigare har konstaterats, ingen generell grund för att kvantifiera korrosion i säkerhetsanalysens tidsskala, utan underbygger säkerhetsanalysen genom processförståelse. Ett antal observationer kopplat till specifika försök noterades också, så som svårigheter att med elektrokemiska metoder mäta korrosionshastigheter i realtid, att ingen definitiv förklaring till vätegastbildning från vissa laboratorieförsök kunnat fastställas, liksom att endast begränsad information om genomförandet av de atmosfäriska korrosionstesterna hade framkommit.

SSM:s sammanfattande reflektion utgående från dessa tre externa granskningar är att kraven på SKB:s arbete med fältverksamhet under flera årtionden gradvis har skärpts, främst som en följd av särskilda krav för att tillgodose spårbarhet. Ett viktigt moment för att säkerställa hög kvalitet som funnit ända från programmets början är publicering i vetenskapliga tidskrifter. Flera andra redovisningskrav har tillkommit, exempelvis med avseende på planering, styrning, rapportering och intern granskning. Tillämpning av ett mer formaliserat arbetssätt har introducerats även i andra delar av SKB:s program t.ex. i samband med SKB:s platsundersökningar och utvecklingsarbetet med tekniska barriärer.

## **4.2 SSM:s bedömningar av LOT i samband med tillståndsprovning**

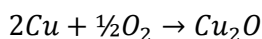
SKB:s tidigare LOT-resultat kommenterades av SSM i den granskningsrapport som presenterades i samband med yttrandet till regeringen avseende SKB:s tillståndsansökan (avsnitt 4.10.9 i [1]). SSM:s granskning och sammanvägda bedömning avsåg vid detta tillfälle även andra fältförsök vid Äspölaboratoriet (MiniCan, Prototypförvaret), men den mest uppenbara slutsatsen som noteras kring LOT är att det betraktades som väl känt att de identifierade korrosionsprodukterna (kuprit och paratakamit) associeras med korrosion av koppar i närvaro av syre. Detta tyder på att de initialt oxiderande förhållandena har haft en stor betydelse för korrosionsförloppet. Erhållna korrosionshastigheter bedömdes spegla en förväntad nivå och varians med beaktande av tillgänglig information om rådande förhållanden. Samtidigt konstateras att experimentets genomförande under fältmässiga förhållanden innebär att inga definitiva slutsatser kan dras om den relativa betydelsen av olika korrosionsformer. Typiskt för fältförsök så som LOT-försöken är att det inte finns någon möjlighet att kontrollera samtliga betydelsefulla omgivningsbetingelser så som i detta fall främst förbrukningen av syre och utvecklingen av redoxförhållanden.

## 5 Betydelsen av korrosion för slutförvarets utformning och skyddsförmåga

SSM har inom ramen för tillståndsprovningen granskat SKB:s föreslagna utformning av korrosionsbarriären i det planerade slutförvaret. För att sätta in LOT-resultatets betydelse i denna kontext beskrivs nedan några grunder kring hanteringen av korrosion inom säkerhetsanalys. Mera detaljerade beskrivningar framgår ur SSM:s granskningsrapporter [1,5].

Analys av kopparkapslarnas inneslutningsförmåga och utformning från korrosions-synpunkt baseras på förståelse för relevanta korrosionsprocesser som sker under olika faser i slutförvarets utveckling, samt långsiktigt även förståelse av grundvattenkemiska förhållanden på förvarsdjup och storleken på materieöverföring i och omkring de deponeringshål i vilka buffert och kapsel har installerats. En betydande del av säkerhetsanalysen ägnas att kvantifiera väl kända korrosionsprocessers tidsförlopp och storlek baserat på den spännvidd av förhållanden som kan förekomma i slutförvaret [29]. Valet av ett 50 mm tjockt kopparhölje har bedömts vara en korrekt dimensionering som medför tillräckligt stora säkerhetsmarginaler.

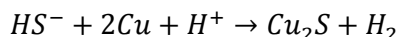
I en inledande fas efter slutlig förslutning kommer kvarvarande syre upprätthålla oxiderande kemiska betingelser och korrosionen av kopparkapslar förlöper då schematiskt enligt följande [30]:



Det är välkänt från allmänna sammanhang att korrosion i oxiderande miljö även generar koppar(II)-faser, men ovanstående reaktion kan förutsättas eftersom den ger den mest omfattande korrosion per tillgängligt syre.

Eftersom de pluggar som ska ansättas i ändan på deponeringstunnlar har utformats för att utestänga syre förväntas denna korrosionsform endast pågå så länge som tillgängligt syre i omättade porutrymmen vid förslutningstillfället för tunnel och deponeringshål finns kvar. Omfattningen närmar sig därför en övre gräns för ett ackumulerat korrosionsangrepp som inte kan överskridas efter att reducerade kemiska förhållanden gradvis utvecklas. Det totala angreppets omfattning har skattats till 0,5 mm [30, 31] dvs. ungefär 1 % av kopparhöljets tjocklek. Kapseln kan således inte under rimliga omständigheter falla enkom som en följd av denna process. Processens betydelse för det fortsatta korrosionsförloppet i en reducerande kemiska miljö behöver dock beaktas.

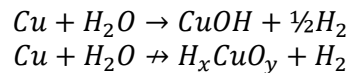
Det är väl känt att koppar bildar termodynamiskt mycket stabila kopparsulfidfaser och korrosion av kopparhöljet med upplöst vätesulfid kommer att ske antingen med sulfid som finns i det omgivande grundvatten eller som under en viss tid kan bildas som en följd av mikrobiell sulfatreduktion. Den nedanstående reaktionen förutsätts i säkerhetsanalys-sammanhang eftersom den ger störst korrosionsangrepp för varje vätesulfidjon som kommer i kontakt med kapseln [30]:



Omfattningen av denna typ av korrosionsangrepp beror på hur stor ackumulerad mängd sulfid som kan komma i kontakt med kopparkapseln. Beroende på bergets heterogena egenskaper varierar denna mängd stort mellan de ca 6000 deponeringshålspositioner som behöver utnyttjas för att kunna bygga hela slutförvaret. Informationen från platsundersökningarna vid Forsmark är avgörande för att kunna ta ställning till processens omfattning under lång tid där särskilt frekvensen av vattenförande sprickor i anslutning till deponeringshål, grundvattenflödes hastigheter och halter av sulfid i det opåverkade grundvattnet styr korrosionens omfattning. Säkerhetsanalysen visar att om flera ogynnsamma

förhållanden sammanfaller i ett och samma deponeringshål så som höga sulfidhalter, höga grundvattenflödeshalter och omfattande buffererosion finns en liten risk att en kopparkapsel kan falla i säkerhetsanalysens tidsskala 100 000 år, vilket dock inte innebär att SSM:s krav på skydd av människors hälsa överskrids [29]. Den låga sannolikheten för kapselbrott pga. korrosion kopplas till att flera ogynnsamma omständigheter, som var för sig är osannolika, måste sammanfalla i ett och samma deponeringshål.

Enligt några vetenskapliga publikationer ska en tredje typ av korrosionsprocess förekomma i en syrefri miljö:



med bildning av CuOH [32] eller en stökiometriskt obekant form  $\text{H}_x\text{CuO}_y$  [33]. En hypotetisk bildning av någon av dessa korrosionsprodukter har förutsatts mot bakgrund av detektion av små mängder vätgas under vissa korrosionsexperiment. Om väletablerad kunskap om koppar och kända kopparföreningars egenskaper beaktas skulle dock denna typ av reaktion, dvs. korrosion av koppar i syrgasfri miljö under bidrag från sulfidtillförsel, inte kunna möjliggöra något annat än en helt försumbar reaktion.

Analysen av kapselns korrosionsförlopp förutsätter kännedom om såväl transportförhållanden som den geokemiska miljön som ges av de båda andra barriärerna bufferten och berget. Korrosionens omfattning är beroende av materieöverföring och att undvika positioner i berget med höga flöden utgör därför en åtgärd för att begränsa korrosionsprocessers omfattning [29]. De ”sämsta” positionerna i berget inom det givna förvarsutrymmet för deponeringshål, som skulle ge den mest omfattande korrosionen (som korsas av de mest vattenförande sprickorna i berget), kan undvikas genom ett selektivt förfarande för utplaceringen.

## 6 SKB:s redovisning

### 6.1 Projektstyrningsmodell och kvalitetssäkring av LOT

Projektstyrning och kvalitetssäkring av LOT-försöken har bäring på ett antal skilda områden som ingår i SKB:s generella instruktioner för all sin verksamhet. I detta avsnitt sammanfattas några generella aspekter av SKB:s arbetsmetoder som bedöms vara relevanta för LOT-försöken, samt vissa exempel på den specifika tillämpningen inom projektet som avser upptag och analys av försökspaketen LOT S2 och A3. De viktigaste områdena omfattar:

- Generella krav på projektstyrning, utvärdering, erfarenhetsåterföring samt informationshantering.
- Generella instruktioner för aktiviteter inom Äspölaboratoriet.
- Specifik planering och övergripande organisatoriska frågor kopplade till upptag och analys av LOT S2 och A3.
- Detaljerade arbets- och metodbeskrivningar som tillämpats under det nyligen avslutade LOT-projektet.
- Hantering och kvalitetsgranskning av data.
- Kvalitetssäkring och granskning av rapporter.
- Styrning av insatser utförda av externa leverantörer.

En grund för kvalitetsarbetet är SKB:s certifiering enligt standarden ISO9001 - ledningssystem för kvalitet. Denna standard innehåller ett stort antal krav kring genomförandet av processer inom en organisation med syftet att bland annat upprätthålla hög



kvalitet samt åstadkomma ständiga förbättringar. Den är generellt användbar för SKB:s aktiviteter så som LOT-projektet och överlappar med SSM:s intresseområden, men tillämpningen är inte avgränsad till strålsäkerhetsfrågor och de används inte av SSM som grund för sin tillsyn och granskning av tillståndshavare och andra externa organisationer. Specifika frågor kring SKB:s tillämpning av ISO9001 tas därför inte upp i denna granskningsrapport.

### 6.1.1 Generella krav på projektstyrning, utvärdering, erfarenhetsåterföring samt informationshantering

Upptag och analys av LOT S2 och A3 har definierats som ett projekt i SKB:s organisation och ska därmed uppfylla kraven för SKB:s projektstyrmodell (ref 1, bilaga 1), vilken har baserats på moderbolaget Vattenfalls motsvarande projektstyrningsmodell (ref 2, bilaga 1). Ett projekt definieras som en tidsbegränsad satsning med ett specifikt mål, specifik budget samt tillfällig specifik organisation. För genomförandet av projektet förutsätts framtagande av verksamhets-specifika tillämpningar, beskrivningar och aktiviteter som ska ingå i olika faser. Generella krav och instruktioner i SKB:s ledningssystem ska också identifieras och adresseras.

De huvudsakliga delarna i projektstyrmodellen avser specifikationen av tydliga roller i projektorganisationen, de olika generella genomförandestegen som föregås av så kallade beslutsgrindar (**TG** för "Toll Gates"), samt generella krav på dokumentation i samband med projektarbete. Deltagarna i projektet ingår i en projektgrupp som verkställer leveranser under ledning av en projektledare enligt en projektplan (PMP). Projektledaren är ansvarig för att organisera och driva arbetet, säkerställa uppfyllande av målsättningar, tidplaner och budget. Beställaren av ett projekt har till uppgift att representera mottagaren av projektresultaten, och ska därför definiera specifika krav som projektet ska uppfylla. För att stödja beställaren och verka för att projektkrav uppfylls ska också en sponsor utses som har ett särskilt ansvar för kvalitetssäkring av genomförandefasen, samt ansvar för att främja erfarenhetsåterföring. Sponsorn har också till uppgift att vara ordförande för projektets styrgrupp.

Ett projekt initieras efter en inledande beredningsfas och ett formellt beslut att starta ett projekt (beslutsgrind 0 eller **TG0**), samt upprättande av en PIN ("Project Initiation Note") som ska innehålla den nödvändiga informationen för att kunna fatta beslutet. Detta innefattar exempelvis specifikation av förutsättningar, projektorganisationen och de olika projektfaserna. Beredningsfasen resulterar också i en "Project Charter" i vilken bakgrund, målsättningar och förväntade resultat beskrivs. Efter **TG0**-beslutet övergår projektet i analysfasen som innefattar utredning av alternativa strategier och projektrinriktningar, vilken i sin tur följs av ett **TG1**-beslut som specificerar mer i detalj projektets inriktning och genomförande. Nästa steg är planeringsfasen under vilken krav, aktiviteter och upphandlingsbehov specificeras. Efter ett formellt styrgruppsbeslut om dessa frågor, **TG2**, påbörjas etableringsfasen under vilken projektorganisationen etableras, kontrakt för externa leverantörer utarbetas, samt budgetering och riskanalys genomförs. Realiseringsfasen som följer **TG3** (beslut om realisering) innefattar projektets huvudsakliga verksamhet, inklusive färdigställande av de leveranser som har specificerats. **TG4** avser beslut om överlämning av projektets resultat efter verifikation av att de uppställda kraven uppfyllts. Den efterföljande överlämningsfasen inkluderar omhändertagande och implementering av resultat. Denna fas ska i sin tur genomgå **TG5** som avser ett beslut om att överlämnande av resultat från projektorganisationen har accepterats och att leveranser av dokumentation m.m. har godkänts. Avslutningsfasen omfattar sedan framtagning och fastställande av slutrapport, erfarenhetsåterföring, arkivering m.m. När dessa moment har färdigställts avslutas projektet genom milstolpe **MS6** som är ett formellt beslut om att



projektet har avslutats. I vissa fall genomförs efter projektavslut en PIR ("Post-investment review") som är en utvärdering av projektet som görs av beställarsidan.

I projektstyrmodellen ingår även en specifikation av kunskapsområden som ska beaktas inom en projektorganisation nämligen integrering, intressenthandling, omfattning, resurshandling, tidsplanering, kostnadsstyrning, riskhantering, kvalitet, inköp, kommunikation, projektvärde, samt hälsa, säkerhet och miljö. Här ingår också en beskrivning av hur arbetsmiljöaspekter i projektet ska beaktas.

Förutom projektstyrmodellen finns krav att inom SKB:s organisation använda särskilda rutiner för informationshantering (ref 3-4, bilaga 1), utvärdering av verksamhet (ref 5, bilaga 1), rapportering av observationer och erfarenheter (ref 6, bilaga 1), samt en kvalitetsplan för kärnbränsleprojektet (ref 7, bilaga 1). Övergripande principer för verksamhetsinformation är att den ska vara tillförlitlig, äkta, fullständig, oförändrad och användbar. Med äkta menas att den ska vara skapad och skickad vid en given tidpunkt, samt att processer i nödvändig omfattning ska finnas för informationsskapande och hantering. Processbeskrivningen för utvärdering av verksamhet definierar principer för hantering och rapportering av observationer och erfarenheter, utredning av händelser, hantering av SSM:s tillsyn, samt genomförande och hantering av interna och externa revisioner. Instruktioner till SKB:s personal med avseende på observationer och erfarenheter är att samtliga medarbetare har ett personligt ansvar att rapportera händelser, observationer, och erfarenheter som har noterats i SKB:s anläggningar. Kvalitetsplanen för kärnbränsleprojektet innehåller en översikt av vissa aspekter av relevans för LOT, exempelvis kvalitetssäkring av rådata, dokumentation av resultat i olika rapportserier (TR-, R- och P-serierna), samt specifikation av procedurer för dokumentgranskning.

### 6.1.2 Generellt om aktiviteter inom Äspölaboratoriet

LOT-aktiviteterna som genomförs vid Äspölaboratoriet ska följa anläggningens generella instruktion (ref 8, bilaga 1). Instruktionerna syftar till ett enhetligt arbetssätt för samtliga aktiviteter inom projekt som innehåller fält- eller underjordselement vid Äspölaboratoriet. För samtliga aktiviteter ska roller och uppgifter vara fastställda med befattningar som projektledare, aktivitetsledare, projektkoordinator och geovetenskaplig ämnesexpert. Insatser av externa leverantörer ska också definieras. Aktiviteter genomförs i olika faser. Förberedelser ska omfatta projektinitiering, upphandlingar, planering av dataleverans, riskbedömning, och framtagning av aktivitetsplan. Aktiviteter får inte påbörjas förrän det finns en godkänd aktivitetsplan och riskbedömning. En uppföljning ska ske under genomförandet genom att aktivitetsledaren signerar specificerade delaktiviteter. Arbetets fortskridande dokumenteras i en redovisande tabell med bland annat leveranser av information. Avvikelser ska också redovisas i tabellen, liksom ytterligare delaktiviteter som måste läggas till under arbetets gång. Aktiviteten avslutas med en avetablering av experimentplatsen, samt avslut av aktivitetsplanen med bland annat leveranser till Sicada-databasen. Kvalitetssäkring av aktivitetsplaner genomförs av ämnesexpert, samt i samband med en särskilt utsedd kvalitetssäkringsgrupp på Äspölaboratoriet som träffas en gång per vecka. De två aktivitetsplaner som finns framtagna för LOT-aktiviteter vid Äspölaboratoriet avser Friborrning och upptag (ref 9, bilaga 1) och Grovdelning och paketering av material (ref 10, bilaga 1).

Förutom instruktionerna för genomförande av projekt vid Äspölaboratoriet finns styrande dokument som avser det löpande underhållet vid anläggningen (ref 11, bilaga 1), samt samordningen av arbetsmiljöfrågor (ref 12, bilaga 1).



Vattenkemilaboratoriet vid Äspölaboratoriet är ackrediterat och efterlevnad granskas av Swedac genom årliga revisioner. Standarden ISO 17025 - Allmänna kompetenskrav för provnings- och kalibreringslaboratorier, tillämpas vid analysernas genomförande.

### 6.1.3 Specifik planering och övergripande organisatoriska frågor kopplade till upptag och analys av LOT S2 och A3

Genomförandet av SKB:s projekt KBP1019 avseende brytning och utvärdering av LOT S2 och A3 följer den projektmodell som har sammanfattats kort i avsnittet ovan. I ”Project charter” (ref 13, bilaga 1) definieras bland annat projektets innehåll, syfte, vilka delar av SKB:s organisation som berörs, inklusive total budget och vilka krav som behöver beaktas. Syftet avser främst ökade kunskaper kring bentonitombvandlingar, samt att bekräfta antaganden kring kopparkorrosion som gjordes innan försöken påbörjades. Det påpekas särskilt att brytning av LOT har efterfrågats av kärnbränsleförvarsprojektets kritiker, bland annat i samband med tillståndsprovningen, och i synnerhet av MKG och forskarna vid KTH. I ”Project Initiation Note” (ref 14, bilaga 1) framkommer fler detaljer om SKB:s projektorganisation, beslutsunderlag för beslutsgrindar (”toll gates”) **TG0** till och med **MS6** enligt ovan, inklusive riktdatum för beslut. Projektet ska vara avslutat innan slutet av 2022, men då ingår de bentonitdelar som ännu inte har rapporterats (vid tidpunkten för denna rapport publicering mars 2021). Bedömning av projektets mognad inför TG-beslut görs av projektets styrgrupp.

I den mera omfattande ”Project Management Plan” (ref 15, bilaga 1) framkommer flera detaljer kring projektets genomförande. Projektet delas in i tre olika arbetspaket: 1) brytning, 2) koppar, och 3) buffert. Dokumentet innehåller förutom den grundläggande informationen om projektets bakgrund, målsättning och tidplan (för ”toll gates” och för olika arbetsmoment) en specifikation av arbetsmoment och leveranser i form av dokument och rapporter. De huvudsakliga momenten i provtagningsförfaranden, provhantering, och analyser med olika metoder beskrivs översiktligt för arbetspaketen *koppar* och *bentonit*. Upphandling och resursallokering för externa leverantörer finns angivna i dokumentet, samt uppskattad tidsåtgång för olika SKB medarbetare. Det finns även en beskrivning av SSM:s kommentarer från granskning av tidigare faser av LOT där behovet av ytterligare analyser av korrosionsprodukter tas upp. Projektets målsättningar har uppdaterats något i och med att analyser av mikrober har tagits bort som arbetsmoment, och att väteinnehållet i kopparmaterialet har identifierats som en ny uppgift bland annat mot bakgrund av SKB:s tidigare komplettering kring frågan [4].

I SKB:s dokumentation ingår även en detaljerad plan för genomförande av arbetspaketet brytning (ref 16, bilaga 1). De huvudsakliga momenten är friborring, lyft och transport från Äspötunneln till SKB:s bentonitlaboratorium, grovdelning, provtagning och förpackning av prover i aluminiumpåsar, samt vattenkvot och densitetsanalyser för alla bentonitblock som inte innehåller kopparkupong. Andra arbetsmoment är efterkontroller av givare och mätinstrument, speciell hantering av block med radioaktiva spårämnen (Co-60), samt leverans av data till SKB:s databas Sicada. De senare omfattar en ”daglig logg”, fotografier samt resultat från vattenkvot och densitetsanalyser. Baserat på erfarenheter från demontering av tidigare LOT-paket är friborringen baserad på att hammarborrhål borrar i en cirkel runt paketet. Dessutom borrar två kärnborrhål i anslutning till dessa för att kunna sänka ner vadersågningsutrustning för att kapa av paketets botten. Risker finns också identifierade både med avseende på arbetsmiljö, så som klämskador, och på projektresultat, t.ex. bortspolade bentonitprover.

I planen för arbetspaketet koppar (ref 17, bilaga 1) framgår de tre målsättningarna 1) bestämning av genomsnittliga korrosionsdjup, 2) kemisk form och elementarsammansättning för korrosionsprodukter samt 3) korrosionsmorfologi. De arbetsmoment som



specificeras är hanteringen av kopparprover och de planerade kopparanalyserna. I planen beskrivs resursfördelning och ansvarsförhållanden. De risker som identifieras avser förstörda, förlorade och dåligt paketerade kopparprover. Detaljerade beskrivningar av arbetspaketet bentonit har inte beaktas i denna rapport eftersom resultat från flertalet bentonitanalyser ännu inte har publicerats.

#### 6.1.4 Detaljerade arbets- och metodbeskrivningar som har tillämpats under LOT-projektet

Två kvalitetskritiska praktiska moment i LOT-projektet avser friborrning och upptag av LOT-paketen S2 och A3 (ref 9, bilaga 1) samt grovdelning och paketering av material från LOT-paketen (ref 10, bilaga 1). I den detaljerade arbetsplanen för friborrning beskrivs olika förberedande moment som demontering av mätutrustning, gjutning av betongplatta, demontering av stag och stålbalkar, samt installation och kontroll av all nödvändig utrustning. Erfarenheter från upptagen av de tidigare LOT-faserna pekar på betydelsen av effektiv dränering med pumpar för att undvika risk för fri bentonitsvällning, av att hålen är helt vertikala, samt av att kammar mellan hammarborrhålen behöver undvikas. Efter att förberedelser genomförts påbörjas huvudmomenten hammarborrning av slits, kärnborrning av två hål, vajersågning för att få loss botten, samt lyft av testpaket som uppskattas väga cirka fyra ton. I arbetsplanen ingår en tabell med nitton delaktiviteter, en fördelning av roller och ansvar under upptaget samt en beskrivning av datahantering och dokumentation. För borrningsmoment och vajersågning anlätade SKB den externa leverantören Uppländska Bergborrnings AB. Sekvenser av upptaget har dokumenterats genom filmning.

Det andra huvudsakliga arbetsmomentet avser grovdelning och paketering av material efter transport av upptagna testpaket till testhallen invid Äspölaboratoriet (ref 10, bilaga 1). Instruktionen beskriver de viktigaste arbetsmomenten som omfattar borttagning av bergtäckning från paketen, demontering av bentonitblock, lokalisering och losstagnation av kopparkuponger, demontering av titankoppar och mätutrustning, initial provtagning av tårtbitar och sektioner av tårtbitar från bentonitblock för olika typer av analyser, samt funktionskontroller av demonterade givare (termoelement, relativ fuktighetgivare, tryckgivare). Olika sekvenser av arbetet dokumenteras genom filmning. Vissa strålskyddsåtgärder behöver tillämpas med tanke på hantering av bentonitblock med tillsatt radioaktiva spårämnen (Co-60). Det centrala kopparröret kommer att kapas och dess bottenplatta behöver sågas av. Viktiga instruktioner i samband med provhantering avser hur uppmärkning och paketering ska gå till. Liksom i arbetsplanen för friborrningen, finns en tabell med de tio delaktiviteter som ingår, samt en beskrivning av roller och ansvar. I samband med grovdelning och paketeringen anlitar SKB den externa leverantören Clay Technology AB. I ett appendix finns tvärsnitt från olika nivåer i paketen med information om placering av givare och kopparkuponger. I de båda nämnda aktivitetsplanerna finns även tidsplanering samt en identifiering av riskfyllda moment ur arbetsmiljösynpunkt.

Beträffande analyser av kopparprover från LOT görs de av de externa leverantörerna RISE AB och Swerim AB (se nedan). Den ännu inte rapporterade (mars 2021) omfattande karaktäriseringen av bentonitprover i samband med arbetspaketet bentonit görs av Clay Technology AB och Åbo universitet. Två typer av bentonitanalyser av betydelse för tolkning av koppardelen har dock genomförts och finns avrapporterade. Instruktioner för genomförande av dessa finns i dokumenten metodbeskrivning av analys av bentonit med röntgenfluorescensspektroskopi XRF (ref 18, bilaga 1) samt bestämning av skrym- och torrdensitet för bentonitlera (ref 19, bilaga 1). I det första dokumentet beskrivs de olika momenten som genomförs i analysarbetet, så som analys av referensprover, provberedning genom malning, homogenisering och pressning, samt slutligen mätning och resultatrapportering. Mätinstrumentet som används benämns Panalytical Epsilon 3 XL.



XRF-metoden har tidigare befunnits användbar vid analyser av jord och lera, och finns beskriven i Svensk standard SS-EN ISO 13196:2015. I dokumentet finns också en utvärdering av metodens tillförlitlighet genom uppskattning av bias genom jämförelser av mätning med XRF och ICP/AES, samt analys av linjäritet och repeterbarhet.

Bestämning av skrym- och torrdensitet för bentonitlera (ref 19, bilaga 1) görs med en relativt enkel mätmetod genom nedsänkning av tillsågade bentonitprover i paraffinolja. Resultaten erhålls ur enkla beräkningar baserat på en provkroppens massa samt dess skenbara massa nedsänkt i en vätska med känd densitet (i det här fallet paraffinolja). Det sker en tyngdminskning vid nedsänkningen som ger underlag för beräkning av provets densitet. I dokumentet ingår en beskrivning av det praktiska analysförfarandet samt tillhörande beräkningar. Felkällor som identifieras är kopplade till långvarig förvaring av prover. Prover bör analyseras så snart som möjligt efter provuttaget, och helst paketeras i lufttäta provtagningskärl. Analyser av referensprover med känd densitet ger underlag för bestämning av metodens noggrannhet.

### 6.1.5 Hantering och kvalitetsgranskning av data

SKB:s kvalitetssäkring omfattar förutom rapporter och dokument även datahantering. SKB använder sig av en särskild rutin (ref 20, bilaga 1) för hanteringen av primärdata som utgår från de olika roller som olika intressenter har i datahanteringsprocessen. Dessa omfattar exempelvis informationsägare, primärdataleverantör, beställare, förvaltningsansvarig och användare av data. Innan datainsamling påbörjas ska kvalitetskrav och acceptanskriterier för data definieras. Vid datainsamling ska särskilt viktiga moment för datakvalitet identifieras, och för att säkra spårbarhet ska förutom primärdata också metadata registreras (metadata kan förenklat beskrivas som data om data). När beställare erhåller data ska först en leveranskontroll genomföras som syftar till att identifiera avvikelser från gjorda överenskommelser om dataleverans. En utsedd person, befattning eller funktion ska genomföra kvalitetssäkringen av data genom att säkerställa att de specificerade acceptanskriterierna uppfylls. Sakgranskning av data kan även behöva utföras genom granskning av enskilda värden, kontrollberäkningar och/eller statistisk bearbetning. Därefter följer godkännande av data, och särskilda rutiner för lagring och förvaltning av primärdata. Det finns också särskilda rutiner för vilka åtgärder som vidtas då det upptäcks fel i redan godkända data i SKB:s databas Sicada. SKB:s datahantering ska följa vissa krav i SSM:s föreskrifter samt i standarden ISO9001:2015.

Det finns även särskilda instruktioner för dataleveranser till och från SKB:s databaser Sicada och SKBGIS (ref 28, bilaga 1). Dataleverantören sammanställer data och levererar denna i en gällande Excel-mall (ref 29, bilaga 1). För SKBGIS finns flertal filformat för inlagring av data i geodatabas (inte aktuellt i samband med LOT). Därefter sker en klassificering av data baserat på olika säkerhetsklasser, till exempel öppen, företagsintern eller företagshemlig. Sakgranskning, kvalitetsgranskning med mera sker som framgår av ovanstående paragraf. Förutom data i sig ska även annan information bevaras och registreras i Sicada, så som exempelvis protokoll vid fältarbeten. Därefter sker ett godkännande och frisläppande av informationen efter att dess korrekthet har verifierats av en kontaktperson på SKB. Efter att data har gjorts tillgänglig inom Sicada kan den beställas ut genom att en databeställare fyller i en särskild blankett ”Data delivery request”. Är det frågan om en extern beställare ska dessutom ett nyttjanderättsavtal skrivas på innan dataleveransen. Mottagare av information uppmanas att inte sprida informationen vidare med motiveringen att detta gör det svårare att säkerställa att det är den mest uppdaterade och senast tillgängliga informationen som utnyttjas. Gamla och nya mottagare uppmanas i sådana fall att göra en ny beställning.

SKB har definierat en rad principer för informationshantering (ref 4, bilaga 1). Hanteringen ska svara upp mot företagets policy, myndigheters krav och allmänhetens önskemål. Upprätthållande av informationssäkerhet ska skydda tillgänglighet, riktighet med mera. Informationen ska vara spårbar vad gäller hur, var och när den har tillkommit, vem som är ansvarig för den och om den är den senast gällande. Viktigt för informations-säkerheten är också lagringsplatser och arkiv, att tillgänglighet och åtkomst kontrolleras, samt att informationen vid behov gallras.

Förutom ovanstående citerade dokument har SSM under granskningen tagit emot Excel-mallen för inrapportering av primärdata, samt en ifylld Excel-fil för betning/viktningsminskning för korrosionskuponger. Data från viktminskning mätningar i samband med betning av korrosionskuponger efterfrågades nämligen av SSM:s externa experter vid Galson Sciences. SKB rapporterade under SSM:s granskning dock en avvikelse i förhållande till sitt eget kvalitetssystem. Viktminskingsdata erhöles av tidsskäl från SKB:s externa leverantör RISE/Swerim, istället för genom föreskriven ordning.

### 6.1.6 Granskning och kvalitetssäkring av SKB rapporter

Kvalitetssäkring av SKB rapporter sker genom ett specificerat sakgransningsförfarande (ref 21, bilaga 1). De tre kvalitetsaspekterna som definieras är 1) kvalitet i resultat och slutsatser, 2) fackmässigheten i arbetet, samt 3) redaktionell kvalitet i framställningen. Kvalitetssäkringen utgår från de tre rollerna godkännare, författare och sakgranskare. Godkännaren har det formella ansvaret att utse sakgranskare med rätt kompetens, säkerställa att granskningsarbetet är heltäckande, se till att granskningskommentarer har hanterats/bemötts samt till slut formellt godkänna den aktuella rapporten/dokumentet. Det finns olika nivåer inom kvalitetssäkring där det är godkännarens uppgift att definiera vad som krävs. I den högsta nivån krävs framtagning av en granskningsplan, granskningskriterier som reflekterar det aktuella dokumentets användning, sakgranskarens genomförande och dokumentation av granskning, författarens omhändertagande och bemötande av granskningskommentarer, samt godkännarens verifikation av dokumentets kvalitet. På lägre nivåer finns godkännande eller tillstyrkande av dokument utan formell kontroll av kravuppfyllelse, och utan spårbar dokumentation av hur granskningskommentarer har omhändertagits. I SKB:s instruktioner finns också en särskild checklista för granskning och kvalitetskontroll av offentliga rapporter (ref 22, bilaga 1). Här ingår, förutom den ovan beskrivna sakgranskningen, bland annat redaktionella kontroller och granskning och tillstyrkande av slutkorrektur.

Särskilda granskningsinstruktioner har framtagits för SKB:s rapport om analys av koppardelen av LOT S2 och A3 [2] (ref 23, bilaga 1). De granskningskriterier som särskilt listas i detta dokument avser om det finns en spårbarhet i målsättningar och förutsättningar för arbetet, om metoder och modeller är tillämpliga inom de gränser där de utnyttjas, om de är bevisade och/eller tillförlitliga, om angiven information av faktakarakter underbyggs med referenser, om rapporteringen uppfyller de syften med projektet som har angivits, samt om de dragna slutsatserna i dokumentet underbyggs av analyser och annan information i dokumentet. Tre granskare har engagerats baserat på nedan angiven motivering:

- Fraser King (Integrity Consulting) har anlåtats för granskning av hela rapporten baserat på lång erfarenhet av kopparkorrosion, och korrosionsprocesser i slutförvarsmiljö.
- Paul Wersin (University of Bern) har anlåtats för granskning av hela rapporten baserat på goda kunskaper om LOT-försöken och andra liknande försök, samt om annan forskning om slutförvar.



- Torbjörn Sandén (Clay Technology) har anlåtats för granskning av teknisk information om utformning, installation och drift av LOT-försöken. Granskaren var med vid installationen av LOT-försöken för tjugo år sedan.

Enligt den första sakgranskaren (ref 24, bilaga 1) görs bedömningen att samtliga uppställda granskningskriterier är uppfyllda, dock med en viss tvekan kring tillförlitligheten för verifikation av förekomsten av  $\text{Cu}_2\text{S}$  som en bildad korrosionsprodukt under försöken. Inledningsvis noteras att det inte finns någon tydlig indikation på när syret har konsumerats under försöken. Enligt granskarens bedömning är dock troligen syret förbrukat vid försökets avslut efter tjugo års exponering, men en sannolik förekomst av betydande mängder koppar(II) innebär att försöken fortfarande kan betraktas som varande i ett aerobt tillstånd eller möjligen i ett övergångstillstånd mellan aeroba och anaeroba förhållanden. Detta baseras på ”branta” koncentrationsprofiler för koppar(II) (utgående från koppar och in i bentonitblocket) som uppstår då koppar sorberas på jonbytespositioner i bentonitlera. Hade det varit frågan om löst koppar(I) (som komplexbinds till kloridjoner) sker diffusionen längre in i bentonitleran och en ”grundare” kopparprofil erhålls. En rekommendation är därför att koppar i bentonit analyseras genom att först eluera materialet med destillerat vatten för att få ut upplöst koppar i bentoniten, och därefter med syra för att desorbera koppar(II) i jonbytespositioner i leran. Även om syftet inte explicit anges bör det, baserat på bakgrundsdiskussionen som granskaren för, ha varit att kunna särskilja koppar(I) och koppar(II), vilket inte kan göras med XRF.

Vidare diskuteras det faktum att temperaturberoendet för korrosion på kopparröret är mer betydande än för kopparkupongerna. Korrosionshastigheten för röret bedöms vara påverkan av syretransport, men det påpekas att det också kan finnas andra förklaringar. Beträffande förekomsten av sulfid påpekas att sulfid förutom genom tillförsel via grundvatten också möjligen kan ha sitt ursprung i mikrobiell sulfatreduktion i buffertmaterialet. I granskningen framkommer också en rad andra mindre kommentarer syftande till att förtydliga innehållet i rapporten samt förbättra läsbarheten.

I den andra sakgranskningen (ref 25, bilaga 1) bedöms dock, i motsats till den första att de noggranna mikroskopiundersökningarna utgöra tillräckligt belägg för identifikation av  $\text{Cu}_2\text{S}$ , vilket anses vara ett särskilt viktigt resultat eftersom det inte kunnat göras i samband med andra liknande fältförsök. Den andra viktiga kommentaren är att risken för läckage av syre genom till exempel kabelgenomföringar påtalas. Denna slutsats dras mot bakgrund av FEBEX där dels ett sådant läckage har förekommit, dels att syre har kunnat mätas ända till slutet av experimentet. Utöver dessa två generella bedömningar i granskningen påtalas behov av förtydliganden och ytterligare information på ett flertal platser i rapporten. Baserat på dessa tillkortakommanden anser inte granskaren att samtliga granskningskriterier är uppfyllda.

I den sista sakgranskningen (ref 26, bilaga 1) görs bedömningen att samtliga granskningskriterier är uppfyllda. I granskningen identifieras behov av vissa justeringar kring beskrivningen av LOT-försöken. Det påpekas att bakterier bör omnämnas i samband med korrosionskupongerna O och N i S2-paketet.

SKB-rapporten [2] har av allt att döma blivit uppdaterad efter dessa tre externa granskningar och SKB:s hantering av de ovannämnda kommentarerna finns beskrivna i de tre dokumenten som har sammanfattats ovan.

**6.1.7 Kvalitetsfrågor som rör insatser utförda av externa leverantörer**  
SKB har tagit fram en detaljerad rutin för inköp av tjänster från externa leverantörer (ref 27, bilaga 1). I denna rutin definieras ansvarsfördelning för inköpsprocessen på olika

befattningshavare inom SKB, olika kategorier av inköp beroende på inköpsvärdet, samt de olika stegen som ska följas i inköpsprocessen. Stegen är behovsanalys, marknadsanalys och definition av inköpsstrategi, upprättande och distribution av förfrågningsunderlag, utvärdering av anbud och leverantörsbedömning, hantering av avtal, avropsförfarande samt erfarenhetsåterföring. Betydelsen av en viss tjänst för påverkan på produktkvalitet och miljö ska vara styrande för bland annat kraven på revision av leverantörens verksamhet, granskning av certifikat, och företagspolicy. I projektet LOT S2 A3 har SKB använt sig av väl kända leverantörer med tidigare erfarenhet av uppdrag inom ramen för SKB:s program.

SKB:s arbete inom LOT-projektet är till stor del baserat på arbeten utförda av externa leverantörer, varav de tre viktigaste är:

- Uppländska bergborrnings AB
- Clay Technology AB
- RISE AB i samarbete med Swerim AB

Samtliga är certifierade enligt ISO9001 - Ledningssystem för kvalitet.

SSM har inte tagit del av någon information direkt från de två förstnämnda. Det har inte bedömts vara nödvändigt eftersom aktiviteter som dessa leverantörer har varit involverade i täcks in väl av SKB:s aktivitetsplaner. Det hade varit önskvärt att genomföra ett studiebesök vid Äspölaboratoriet för att titta på försöksplatsen, men det befanns vara svår genomförbart med tanke på Covid-19-situationen. SKB kommer i samarbete med Åbo universitet och Clay Technology AB färdigställa bentonitdelen av LOT-projektet, men denna del har ännu inte avrapporterats och täcks inte in av denna granskning.

SSM genomförde ett studiebesök vid RISE/Swerim den 20/11 2020 (se minnesanteckningar, bilaga 3). RISE/Swerim har genomfört samtliga analyser av de kopparprover som exponerats i samband med LOT i en slutförvarsliknande miljö under 20 års tid. Studiebesöket var viktigt för SSM att genomföra eftersom myndigheten inte kunnat ta del av detaljerade metodbeskrivningar och aktivitetsplaner för RISE/Swerims del av arbetet i samma utsträckning som för de insatser genomförda i SKB:s egen regi. De analyser och områden som RISE/Swerim arbetat med är:

- Okulärbesiktning av prover vid ankomsten
- Betning och gravimetrimätningar av korrosionskuponer
- Mikroskopiundersökningar av korrosionskuponer och rörsektioner
- Röntgendiffraktionsmätningar (XRD) på korrosionsprodukter
- Svepelektronmikroskopi (SEM) och transmissionselektronmikroskopi (TEM) av kopparprover
- Spektroskopiska mätningar EDS ("energy-dispersive x-ray spectroscopy") och GDOES ("glow-discharge optical emission spectroscopy") av kopparprover

Analyserna har genomförts som ett samarbete mellan RISE:s avdelning för korrosionsforskning samt Swerim. De båda bolagen delar lokaler i Kista utanför Stockholm. RISE är ett statligt oberoende forskningsinstitut med cirka 3000 medarbetare varav korrosionsavdelningen har cirka 40 medarbetare. Man arbetar dels med kortare och längre uppdrag från industrin, dels med forskningsprojekt. Som ett större kommersiellt korrosionslaboratorium är RISE korrosionsavdelning det enda i sitt slag i Sverige. Swerim är ett metallforskningsinstitut ägs av svensk industri med staten som en minoritetsägare.

För SKB-projekt som utförs av externa leverantörer kan antingen SKB:s eller leverantörens kvalitetsledningssystem tillämpas. I detta fall gäller det senare alternativet. RISE:s korrosionsavdelning tillämpar RISE-koncernens generella kvalitetssystem, medan Swerim tillämpar ett eget separat kvalitetssystem. Sedan 2016 är inga av analysmetoderna



ackrediterade men man använder sig ändå av olika rutiner för att säkerställa kvalitet. I motsats till vissa andra verksamheter inom RISE koncernen tillämpas heller inte standarden ISO 17025 (Allmänna kompetenskrav för provnings- och kalibreringslaboratorier). Inom korrosionsavdelningens verksamhet behöver försök ofta anpassas efter en specifik kunds särskilda förutsättningar och det medför att standarder inte i alltid är tillämpliga. Svenska standarder tillämpas dock där så är möjligt, exempelvis för gravimetrisk mätning av korrosionens omfattning med betning/massförlustmätning (SS-EN ISO 8407:2014, SS-EN ISO 7407:2014 E.3.1). Särskilda rutiner för att tillgodose kvalitetskrav avser t.ex. att medarbetarna har tillräcklig kompetens för sina uppgifter, dokumentation, kalibrering och beskrivning av instrument, opartiskhet, hantering av avvikelser, samt intern granskning av resultat.

För att säkerställa att en medarbetare har tillräcklig kompetens för en viss typ av analys tillämpas ett körkortssystem. En medarbetare får körkortet för ett visst analysinstrument efter att ha klarat av ett prov baserat på teoretisk och praktisk kunskap. För kvalitets-säkring finns också särskilda befattningar med uppgift att säkerställa korrekt handhavande, dels forskare som är ansvariga för en viss typ av instrument, dels en person som är ansvarig för hela laboratoriet. För det SKB-finansierade projektet har i så hög utsträckning som möjligt samma medarbetare använts för analyserna.

Dokumentation av genomförda analyser tillgodoses genom att samtliga analysinstrument är kopplade till laboratedatorer i vilka all rådata erhålls och sparas digitalt, så som fotografier som tas av exponerade prover. I en så kallad projektmapp samlas all producerad information kopplad till ett visst projekt. I denna mapp sparas även operatörsanteckningar om sådana finns. Data sparas sedan på en server. Exponerade prover arkiveras och sparas i tre år, alternativt skickas tillbaka till kunden.

Man arbetar med instrumentbeskrivningar snarare än metodbeskrivningar, eftersom undersökningsmetoder måste anpassas till de specifika förutsättningarna i olika projekt. Instrumentkalibrering görs genom årliga kalibreringar och även i form av snabbkalibreringar inför varje experiment.

Beträffande opartiskhet är detta ett krav i RISE:s ledningssystem och det finns etablerade rutiner för att följa upp detta. Medarbetare har även ett eget ansvar att uppmärksamma sina överordnade på huruvida tänkbara jävsförhållanden skulle kunna föreligga. RISE-koncernens ledningssystem innehåller visselblåsarfunktioner och det finns även en koncerngemensam kvalitetsgrupp som bevakar frågan.

RISE har ett förhållandevis nytt system för avvikelshantering baserat på företagets intranät som tillämpas för både systematiska fel och mindre avvikelser. Är avvikelserna av specifik karaktär, exempelvis kopplat till ett särskilt analysinstrument, rapporteras detta till instrumentansvarig i första hand.

I samband med rapportering sker en intern granskning genom att en överordnad granskar framtagna dokument eller producerade resultat. För SKB:s LOT-projekt har intern granskning utförts av chefen för korrosionsavdelningen. I RISE/Swerims del av projektet har det förekommit en dialog om erhållna resultat mellan de involverade medarbetarna. Slutrapporten [2] har tagits fram i nära samarbete mellan SKB och de sju medlemmar ur RISE/Swerim:s personal som har deltagit i projektet. Man har inte haft några skäl att ta fram en särskild separat RISE/Swerim-rapport fastställd för LOT-projektet. Bilaga C i SKB-rapporten avser dock avrapportering av primära resultat från RISE/Swerim till SKB.

## 6.2 SKB:s sammanfattning av resultat från drift, upptag och analyser av LOT S2 och A3

SKB:s LOT-försök S2 och A3 installerades i september 1999 och demonterades september 2019, det vill säga efter nästan exakt tjugo års exponering i berget vid Äspölaboratoriet. Demonteringen spelades in och en kortare sammanfattning av inspelningen finns på SKB:s hemsida. Den längre fullständiga versionen är lagrad på SKB:s server. Två rapporter har hittills (mars 2021) publicerats med resultat från LOT S2 och A3:

- SKB TR-20-11 publicerades i juni 2020 och beskriver installation, monitorering och tidiga analyser av material från försöket [17].
- SKB TR-20-14 publicerades i september 2020 och beskriver provberedning och analyser med avseende på exponerade kopparytor [2].

Den första rapporten innehåller resultat som inkluderar utveckling av experimentella betingelser under försöket. Arbeten som redovisas i denna rapport har i huvudsak gjorts av SKB:s externa leverantör Clay Technology AB. De viktigaste resultaten i denna rapport kan sammanfattas som:

- Temperaturmätningar i bentonit: Efter att de elektriska värmarna slogs på några månader efter att försöken hade installerats visade samtliga installerade termoelement på en mer eller mindre konstant temperatur under hela tjugoårsperioden. Den högsta temperaturen 120°C i A3-paketet återfanns inuti den del av bentonitbufferten som var närmast den elektriska värmaren. På samma höjdnivå men närmare det omgivande berget var temperaturen 90°C. Motsvarande temperaturer för S2-paketet är 90°C respektive 70°C. Längre upp i bentoniten på nivån ovanför den elektriska värmaren var temperaturen 30-50°C för båda paketen.
- Tryckuppbyggnad, relativ fuktighet och återmätning av bentonit: Tryckgivare inuti bentoniten visar gradvis uppbyggnad av totalt tryck under de första årens drift upp mot maximalt 4 MPa. Genom att leda vatten till externt placerade givare kunde också vattentryckets ökning mot maximalt 0,4 MPa mätas kontinuerligt. Skillnaden mellan dessa båda värden utgör en indikation på bentonitens svälltryck som följaktligen var ungefär 3,5 MPa. Direkt efter demonteringen av försöket gjordes mätning av vattenhalt och densitet på bentonitprover, dels från olika nivåer i höjdlängd från de båda försöken, dels på olika avstånd från kopparröret i horisontalled. Vissa variationer i vattenhalt och densitet uppmättes, med generellt högre densitet och lägre vattenhalt i den nedre delen av försöket och närmast de elektriska värmarna. Gradienten med avseende på bentonitdensitet innebär att en långsam homogeniseringsprocess orsakat av svälltrycksskillnader förväntas fortgå även efter 20 år (om försöket hade fortsatt) och långt efter att full återmättnad uppnåtts. Givare för relativ fuktighet i försökspaketet S2 visade snabbt ökande värden under de första månaderna och de närmade sig i några fall 100 % efter cirka fyra år, vilket skulle motsvara tiden till full återmättnad av bufferten. För vissa givare varierade dock halten för mycket för att mätvärdena skulle kunna bedömas vara tillförlitliga. Efter full återmättnad blir givarna kontaminerade med saltvatten och upphör då att leverera pålitliga mätvärden. De fyra åren motsvarade tiden för gradvis uppbyggnad av totaltryck i S2, vilket stärker bilden att full återmättnad sannolikt uppnåtts efter ungefär en så lång tidsperiod. För LOT A3 var tiden förmodligen kortare men uppskattningen är något mera osäker eftersom mätvärdena för tryckuppbyggnad och ökning av relativ fuktighet inte ger en lika samstämmig bild som för S2.



Den andra rapporten [2] redogör för provberedning och ett stort antal undersökningar och analyser av exponerade kopparytor med olika metoder. Dessa avser både korrosionskupongerna och prover från det centrala kopparröret. En begränsad mängd analyser av bentonitlera redovisas även i denna rapport. En större mängd data om leran som avser andra frågeställningar än korrosion kommer enligt uppgift att redovisas i en framtida rapport. Arbeten i rapporten [2] är utförda som ett samarbete mellan SKB och dess externa leverantörer RISE och Swerim. De olika moment som redovisas i denna rapport kan sammanfattas som nedan:

- Visuell inspektion av prover anlända till RISE: Sektioner och segment av kopparrören hade mörk-brun till svart beläggning, i vissa områden vit (sannolikt ett tunt lager kvarvarande bentonit) och även kopparfärgad kulör. Segment användes då vissa analyser kräver en någorlunda plan yta. Bottenplattan (som har haft kontakt med sand och inte bentonit) hade även en blå-grön beläggning. Överlag hade ytorna ett liknande utseende som de från den tidigare LOT-fasen A2. Kupongernas utseende från LOT S2 och A3 påminde också om motsvarande rörsektioner med bruna till svarta och även gråaktiga beläggningar. En intressant observation är att kupongerna från S2 och A3 saknade de blå-gröna korrosionsprodukter som hade observerats på kuponger från LOT S1- och A0-försöken (som hade exponerats i förvarsliknande miljö under kortare tid).
- Gravimetriska analyser av kopparkuponger med syfte att bestämma den totala omfattningen av korrosion under hela försöket: Den gravimetriska analysen ger ett medelvärde för det totala korrosionsdjupet. Genomförandet består av invägning av exponerade prover, jämförelse med kupongernas ursprungliga vikt, och därmed bestämning av massförlust till följd av korrosion. Det kritiska arbetsmomentet utgörs av den betning som utförs för att avlägsna korrosionsprodukter och andra beläggningar på kopparytorna. Betning baserad på standarderna SS-EN ISO 8407:2014, SS-EN ISO 7407:2014 har genomförts i flera steg med olika exponeringstid med sulfaminsyra, saltsyra och svavelsyra. Effektivitet kontrollerades genom mätning av viktförlust som funktion av tid.
- Topografiska undersökningar av exponerade korrosionskuponger före och efter betning med hjälp av optisk mikroskopi: Kopparytor undersöktes med avseende på de djupaste korrosionsangreppen respektive mekaniska defekter med större djup än 6  $\mu\text{m}$ . Målet var att hitta de fem djupaste punkterna och att bestämma frekvensen, vilken definierades som antal gropar per en yta om 0,5  $\text{cm}^2$ . Undersökningarna innefattade även två referenskuponger som inte hade exponerats under försöket utan förvarats i torr miljö. Några ytundersökningar innan försöksstarten 1999, i syfte att bland annat kartlägga initiala ytdefekter, har dock inte genomförts på något av proverna. Intressant är dock att referenskupongerna hade defekter med djup kring 20  $\mu\text{m}$  trots att korrosionen under den torra förvaringen varit försumbar. Efter betningen ökade såväl ytangreppens djup och frekvens för samtliga kuponger, vilken kan förklaras av att korrosionsprodukter dolt ytdefekternas sanna geometri. Det skulle även kunna bero på att betningen i sig ger upphov till fler och djupare defekter. Den djupaste defekten som hittats var 57  $\mu\text{m}$  (kupong M i S2 paketet) och det typiska måttet för betydande defekter noterades till mellan 10 och 30  $\mu\text{m}$ .
- Identifiering av korrosionsprodukter med röntgendiffraktion (XRD): XRD-analyser möjliggör identifikation av specifika kristallina fasta faser med tillräckligt hög koncentration på ett undersökt område. Denna typ av analys visade



på spektrala toppar som motsvarar metallisk koppar och kuprit ( $\text{Cu}_2\text{O}$ ). Möjligen kunde små mängder chalkosit ( $\text{Cu}_2\text{S}$ ) detekteras men detta ansågs vara osäkert eftersom det dels var frågan om små toppar i spektrumet, dels att detektion störs av kopparmetallen.

- Identifiering av korrosionsprodukter på kuponger och rörbitar med hjälp av svepelektronmikroskop med EDS-detektor (SEM-EDS): SEM-EDS-analyser, som renderar en punktvis elementarsammansättning på korroderade ytor, genomfördes på två förstöringsnivåer. På den lägsta nivån (ca 100 gångers förstoring) ges en överblick över dominerande sammansättning av den tunna film som täcker kopparmetallen. Förutom koppar är syre det vanligast förekommande grundämnet. Syre anses härröra dels från den dominerade korrosionsprodukten  $\text{Cu}_2\text{O}(s)$ , och baserat på förekomst av kisel kan man också dra slutsatsen att syre förekommer i form av  $\text{SiO}_2$ , vilket utgör en komponent i bentonitleran. Andelen av svavel var generellt låg, omkring 1-2 atom%, och eftersom svavel korrelerade med kalcium tyder detta på förekomst av gips eller anhydrit ( $\text{CaSO}_4$ ). På ett par kuponger fanns dock mera svavel, omkring 6-9 atom%, som inte helt motsvaras av kalcium, vilket tyder på att det kan vara frågan om förekomst av chalkosit ( $\text{Cu}_2\text{S}$ ). På den högre förstöringsnivån kan särskilt intressanta faser undersökas mer i detalj. Det gjordes ytterligare ett antal observationer som antyder förekomst av chalkosit. Observerade elementarsammansättningar på ytor på kuponger och rörbitar var på det hela taget samstämmiga.
- Tvärsnitt av korroderade ytor för undersökning av korrosionsprodukternas morfologi och sammansättning: Ett par kuponger (en från A3- och en från S2-paketet) delades, polerades och göts in i epoxi utan föregående betning. Tvärsnitten visar på tät förekomst av defekter och frätgropar med djup på cirka 10  $\mu\text{m}$ . Ett tunt lager av korrosionsprodukter, cirka 400 nm tjockt med till största delen koppar och syre, täcker ytorna med en mindre mängd svavel, dvs. ungefär samma resultat som ovan (enligt SEM-EDS). Även transmissionselektronmikroskopi (TEM) användes för att undersöka tvärsnitten, vilka visade på förekomst av nanopartiklar i såväl ett kiselrikt lager nära kopparytorna som i frätgropar. Atomsammansättningen, som bestämts med EDS-detektor och SAED-teknik, befanns vara konsistent med kuprit och chalkosit. Analys av tvärsnitt från kopparrören överensstämde i stort med det som anges ovan för de två kupongerna. Det finns flera indikationer på förekomst av chalkosit, men det var samtidigt svårt att fastställa förekomst och avgöra fördelningen av denna fas i mer detalj. Om det finns en korrelation mellan svavel och kalcium indikerar svavelförekomsten i första hand gips eller anhydrit snarare än chalkosit.
- Mätning av väte- och syrehalt genom smältextraktion på prover från kopparrören: Utskurna mindre provbitar placerades i en Leco-smältugn och mängden avgivna gaser från metallen bestämdes med en konduktivitetsdetektor. Analyser av vätehalt gjordes för obehandlade provbitar, provbitar som slipats med ett  $\text{SiC}$ -papper, samt provbitar som både slipats och filats med en ren fil. Syftet med provbehandlingen var att få en uppfattning om vätets inträngning i metallen. I de obehandlade proverna var vätehalten som mest 3 ppm. I de slipade proverna var vätehalten konstant under 1 ppm, och i de slipade och filade proverna långt under 1 ppm. Referensprover som inte hade använts under försöken uppvisade samma trend förutom att de obehandlade proverna hade något lägre värden. Motsvarande



analyser för syrehalt visade på värden runt 65 ppm för obehandlade prover, och runt 30 ppm för samtliga behandlade prover (vilket antyder att filning av proverna inte hade någon påverkan på syrehalt). Vad gäller syrehalt är en viktig observation att det finns en betydande skillnad mellan den kopparkvalitet som använts för centrala kopparröret (SIS5015-04; ca 30 viktppm), och kopparkvaliteten avsedd för kopparkapseln (CuOFP; < 5 viktppm).

- Mätning av en profil med elementarsammansättningar för de översta 5 µm av provmaterial från rörsektioner med hjälp av analysmetoden GDOES ("Glow Discharge Optical Emission Spectroscopy"): Resultaten visar syre som vanligast förekommande på ytan följt av svavel, kisel och väte. Halterna faller sedan ner längre in i provet i samband med att kopparhalten ökar mot över 90 % i intervallet 0 – 5 µm. Väte finns endast i betydande mängd i den yttersta av profilens fem µm.
- Mätning av kopparhalt i bentonitlera nära kopparkuponger med hjälp av röntgenfluorescens (XRF): Metoden används för att mäta halten för olika grundämnen med samma eller högre atomnummer än natrium. Mätresultaten uttrycks som halter för relevanta komponenter i oxidform (vilket dock inte säger något om dessa komponenters egentliga oxidationstal). Mätningarna gjordes för bentonitprover som hade varit i kontakt med kopparkupongerna. Eftersom mängden korroderad koppar från kupongerna var känd genom gravimetrisk bestämning användes dessa mätningar för att utvärdera XRF-metodens förutsättningar att bestämma korrosionsomfattning baserat på mätningar av kopparhalt i bentonitprover. Mätmetodens tillförlitlighet utvärderades också genom mätningar på referensprover gjorda av mald bentonit med kända mängder av kopparklorid för att uppnå olika koncentrationsnivåer (0,05; 0,2; 0,5 vikt%). Syftet med malningen både vad gäller referensprover och prover från LOT var att homogenisera kopparhalten. Kopparhalter i bentonit närmast kupongerna översattes genom vissa approximationer till ett totalt ackumulerat korrosionsangrepp som motsvarar en massförlust på 0,01-0,02 g koppar, vilket approximativt överensstämmer med motsvarande bestämningar med utgångspunkt från gravimetri, ca 0,5 – 1,3 µm. Ett visst bidrag till kopparförlust, dock betydligt mindre än 1 µm, kan också kopplas till en tunn film av kuprit som sitter direkt på metallen och därför inte finns med i bentonitanalyser med avseende på kopparhalt. Förutom kopparhalter visade övriga mätvärden från XRF i ungefärlig fallande koncentrationsordning SiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, MgO, SO<sub>3</sub>, CaO, K<sub>2</sub>O, Ti<sub>2</sub>O, Cl, vilket bör motsvara bentonitens ursprungliga sammansättning.
- Mätning av kopparhalt i bentonitlera nära det centrala kopparröret med hjälp av röntgenfluorescens (XRF): För de centrala kopparrören utgjorde XRF den enda kvantitativa metoden att bestämma korrosionsangreppens omfattning. Bentonitprover togs ut från totalt sex nivåer från vardera LOT S2 och A3, varav fyra av nivåerna avsåg den varma nedre delen av experimenten och två av nivåerna den kallare övre delen av experimenten. För att få ett mått på den totala mängden koppar som ackumulerats i bentonitleran sågades för varje höjdnivå prover ut från total 6 cylindriska sektioner: 0 – 2mm, 2 – 10 mm, 10 – 20 mm, 20 – 50 mm, 50 – 70 mm och 70 – 100 mm. Därefter genomfördes torkning och malning för att få fram homogeniserade prover för haltbestämningen med XRF. Mängden ackumulerad koppar faller snabbt med avståndet från det centrala kopparröret. Som förväntat indikerade XRF-mätningarna att den totala omfattningen av

korrosion var mer omfattande i det varmare A3-försöket i jämförelse med S2, samt att korrosionen för bägge försöken var betydligt mer omfattande i den varma delen av försöket. Med något undantag fanns kopparen i de tre prover som täckte avståndet 0 – 20 mm ut från kopparröret i radiell riktning. I de kallaste delarna av försöken fanns mätbar koppar egentligen endast i det prov närmast röret, 0 – 2 mm från kopparytan. För den varma delen av A3-försöket bestämdes korrosionens omfattning till 9 – 14  $\mu\text{m}$ . För den varma delen av S2-försöket bestämdes korrosionens omfattning till ca 4  $\mu\text{m}$ . I de kallare delarna av de båda försöken var korrosionens omfattning 0,2 – 0,6  $\mu\text{m}$ . För att särskilt undersöka om koppar kan ha förekommit som kuprit i bentoniten gjordes vissa kompletterande XRF-mätningar på utvalda prover. Ingen förekomst av kristallin kuprit kunde dock detekteras.

- Linjeskanning av bentonitprover med synliga korrosionsprodukter: Med hjälp av SEM-EDX skannades elementarsammansättning längs en linje tvärs över en metallrik provregion. En positiv korrelation mellan koppar och svavelhalt med en topp mitt i intervallet med stökiometrisk kvot 1,8 tolkades som belägg för förekomst en kopparsulfid.

### 6.3 SKB:s sammanfattning av diskussion och slutsatser kring korrosion under LOT S2 och A3

I den sammanfattande diskussionen adresserar SKB i [2] aspekter av LOT-försöken: 1) analys av korrosionsprodukter, 2) omfattningen av korrosion, samt 3) morfologi för korrosionsprodukter och korroderade kopparytor.

#### 6.3.1 Analyser av korrosionsprodukter

Baserat på resultat från båda analysmetoderna XRD och SEM-EDS befanns kopparytorna vara belagda med främst kuprit ( $\text{Cu}_2\text{O}$ ) och bentonitmaterial, varav det senare indikeras av de två huvudkomponenterna  $\text{SiO}_2$  och  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . Det fanns även betydande mängder svavel på ytorna som kan härröra från gips eller anhydrit ( $\text{CaSO}_4$ ) som är mineraler som finns i bentonit och som har en tendens att ackumuleras på varma ytor (som en följd av lägre löslighet vid högre temperatur för dessa faser). Analyser av vissa regioner av kopparytorna visade också på en korrelation mellan svavel och koppar vilket antydde en förekomst av kopparsulfider i proportioner som ungefär motsvarar  $\text{Cu}_2\text{S}$ . Undersökningar av tvärsnitt för korroderade kopparytor visade på möjlig förekomst av en sådan fas dels i direkt anslutning till en 0,25  $\mu\text{m}$  tjockt film direkt på kopparytor, dels som nanopartiklar (<0,1  $\mu\text{m}$ ) i bentoniten närmast kopparytorna. Det påpekas dock att en kristallin form av denna fas inte kunde konfirmeras eftersom tydliga XRD-resultat talade mot en sådan förekomst.

En skillnad från andra liknande försök och tidigare faser av LOT är avsaknaden av koppar(II)-faser oftast synliga som en blå-grön beläggning på korroderade ytor. Ett undantag till detta utgörs dock av att en mindre sådan beläggning under bottenplattan som med hjälp av XRD kunde konstateras vara paratakamit ( $\text{Cu}_2(\text{OH})_3\text{Cl}$ ), som har detekteras i samband med tidigare experiment. Denna del av kopparen har dock varit i kontakt med sand och inte bentonit och bedömdes ha varit i kontakt med mer syre i förhållande till övriga kopparytor.

SKB:s tolkning av dessa observationer är att förhållanden under försöken under längre tid speglat en övergång från korrosion av koppar i oxiderande miljö i närvaro av syre till, åtminstone vissa delar av försöken, korrosion av koppar med sulfider i syrefri miljö.

Mätningarna av kopparhalt i bentonit med hjälp av XRF visar på en brant profil med snabbt minskande koncentrationer av koppar som funktion av avståndet till kopparyorna. Detta utgör en indikation på att koppar förekommer i tvåvärd form på katjonbytespositioner i bentonitleran. Koppar i envärd form förekommer i den aktuella geokemiska miljön som  $\text{CuCl}_2^-$  vilken sorberar sämre på bentonit och följaktligen tränger längre in i leran. SKB drar således slutsatsen att tvåvärd upplöst eller sorberad koppar sannolikt utgör en betydande intermediär oxidant som ger upphov till viss korrosion av koppar under bildning av kuprit även efter att allt syre har förbrukats.

Mätningarna av vätehalt visar på något förhöjda halter i exponerande prover i förhållande till referensmaterial (ca 3 i jämförelse med 2 vikt-ppm). Mätningar av ett 5  $\mu\text{m}$  tjockt skikt visar dock att högre vätehalter främst avser ytskiktet. Basmetallen hade betydligt lägre halter runt 0,5 vikt-ppm. Detta tolkar SKB som att ingen inträngning av väte har skett i metallen under försökets gång.

### 6.3.2 Omfattning av korrosion

Beträffande omfattningen av korrosion skiljer sig den på ett betydande sätt mellan korrosionskupongerna och det centrala kopparröret. För de sex kupongerna är det genomsnittliga korrosionsdjupet efter totalt 20 års exponering bestämt till 0,6 – 1,3  $\mu\text{m}$ , där det övre intervallet avser A3-experimentet som exponerats för något högre temperaturer, och det nedre intervallet S2 försöket. Inga betydande skillnader kunde dock noteras mellan de nedre kupongerna med högre temperatur och de övre exponerade för lägre temperatur i ett och samma försök. Kopparrören hade ett uppskattat korrosionsdjup på 9 – 14  $\mu\text{m}$  för A3-försöket och 4 – 5  $\mu\text{m}$  för S2-försöket. Dessa siffror avser de varmare nedre delarna av försöken. För motsvarande kalla delar av kopparrören var den ackumulerade korrosionen för båda försöken 0,2 – 0,5  $\mu\text{m}$ .

SKB förklarar att den totalt sett lägre omfattningen av korrosion för kupongerna sannolikt beror på att reaktionen snabbt blir starkt styrd av materietransport i form av antingen diffusion av  $\text{Cu}^+$  bort från kopparytan eller diffusion av syre till kopparytan, som en följd av att kupongerna är inbäddade i kompakterad bentonit utan direkt kontakt med en fri gasfas. För det centrala kopparröret som är i kontakt med en luftfylld spalt blir korrosionen däremot initialt kinetiskt styrd med en temperaturberoende korrosionshastighet. Eftersom syre förbrukas snabbare i de varmare delarna av försöket uppstår en koncentrationsgradient i vilken syre transporteras från de kallare till de varmare delarna av försöken. Detta förstärker korrosion i den varma delen och försvagar den i den kallare delen. Detta skulle förklara den stora skillnaden i omfattning av korrosion för de varma och de kalla delarna av de centrala kopparrören. Även om tidsintervallet till dess att spalten har slutits inte är känd konstaterar SKB att återmättnadsförloppet fram till full återmättnad tagit flera år, och att detta anger en tidsram inom vilket buffertens svälltryck och tätning har byggts upp.

SKB gör bedömningen att korrosionen i huvudsak ägt rum i en tidig fas av försöket i samband med tillgång till initialt förekommande syre. Detta innebär att medelkorrosionshastigheter som enkelt kan beräknas med utgångspunkt från ovan redovisade korrosionsdjup, inte är representativa för en långsiktig kapselkorrosion. Någon direkt information om detta kan dock inte LOT S2 och A3 ge då endast korrosionens totala omfattning i slutet av försöket kan mätas. Vissa jämförelser görs dock med LOT A2-försöket i vilket ackumulerad korrosion från den varma delen av centralröret uppgick till 2,2 – 9,6  $\mu\text{m}$ , och 0,6  $\mu\text{m}$  för den kalla delen. Dessa siffror är likvärdiga med motsvarande resultat ovan trots att exponeringstiden bara var sex år i jämförelse med LOT S2 och A3 med tjugo års exponering. Detta styrker enligt SKB:s bedömning antagandet om en fallande korrosionshastighet.

En jämförelse mellan korrosionens omfattning på de dedikerade korrosionskupongerna visar på en ackumulerad korrosion för LOT S2 och A3 omkring 1  $\mu\text{m}$ , för tidigare LOT-faser (A2, S1 och A0) på 1,5 – 4,8  $\mu\text{m}$ , och ABM5 försöket på 2,3 – 5  $\mu\text{m}$ . Den något olika omfattningen på korrosionen bedöms vara kopplad till olika tillgång till syre och oxiderande betingelser. I detta sammanhang bör det även beaktas att bergförhållanden och andra faktorer i viss utsträckning skiljer sig mellan de olika försöken och även mellan de olika LOT-etapperna. Noterbart för de kortaste försöken S1 och A0 är att korrosionsangrepp om någon eller några  $\mu\text{m}$  uppstår efter endast 1-2 år. Detta överensstämmer med litteraturdata som uppvisar relativt höga korrosionshastigheter för koppar i en varm kemiskt oxiderande bentonitmiljö [34]).

SKB har gjort vissa massbalansberäkningar som visar hur stora korrosionsangrepp som kan förväntas baserat på mängden syre i de initiala luftvolymerna i bentonit och spalter, samt på antagandet att förbrukning av syre följs åt av bildning av korrosionsprodukten  $\text{Cu}_2\text{O}$ . Ett totalt porutrymme på ca 70  $\text{dm}^3$  innehåller 0,7 mol syre, vilket, om allt reagerar jämnt fördelat på samtliga kopparytor i försöket, skulle motsvara ett totalt korrosionsdjup på 13  $\mu\text{m}$ . Om enbart syret inuti den omättade bentoniten skulle reagera blir det motsvarande korrosionsdjupet ca 4  $\mu\text{m}$ . Dessa siffror kan jämföras med en genomsnittlig omfattning av kopparkorrosion på vardera S2- och A3-rören, på 1,5 respektive 5  $\mu\text{m}$ , vilket betraktas som förenligt med antagandet att syre är den dominerande oxidanten. Det integrerade värdet över hela kopparytan beräknas genom att väga samman den mera omfattande korrosionen på de varma ytorna med den betydligt mindre korrosionen på de kalla ytorna.

### 6.3.3 Morfologi för korrosionsprodukter och korroderade kopparytor

SKB konstaterar att ojämnheter på de analyserade kopparytorna kan ha sitt ursprung dels från mekanisk bearbetning i samband med tillverkning, dels från korrosionsprocesser under den tid proverna exponerats under fältförsöken. Undersökningar av preparerade icke-exponerade kopparprover visar på defekter med ett djup av cirka 10 – 20  $\mu\text{m}$ . De exponerade korrosionskupongerna hade ojämnheter med ett djup på upp till cirka 25  $\mu\text{m}$  innan betningen för att ta bort korrosionsprodukter hade genomförts. Efter betningen ökade antalet defekter och man fann också defekter med större djup på ca 80  $\mu\text{m}$ . Det är oklart om denna effekt berodde på att betningen i sig gav upphov till fler och fördjupade defekter, eller om avlägsnandet av korrosionsprodukter visade den sanna geometrin för frätgropar som tidigare dolts av korrosionsprodukter. Undersökningar av kopparrören visade på ojämnheter med ett maximalt djup på 13  $\mu\text{m}$  för S2-försöket och 25  $\mu\text{m}$  för A3. Med tanke på de större angreppen på A3-försöket med högre temperatur bedömer SKB att denna typ av morfologi sannolikt förklaras av korrosion snarare än initiala defekter uppkomna som ett resultat av mekanisk bearbetning. SKB konstaterar dock att ojämnheter är jämnt fördelade, och utan fördjupade angrepp på en annars av korrosion opåverkad kopparyta som är typiskt för renodlade former av gropfrätning.

SKB gör också jämförelser med ett antal andra försök där koppar har exponerats i en slutförvarsliknande miljö. I en första etapp av det så kallade prototypförvarförsöket vid Äspölaboratoriet exponerades två fullstora kopparkapslar med elektriska värmare för en simulerad slutförvarsmiljö med fullstor omkringliggande bentonitbuffert under sju års tid [26]. Tvärsnitt från ett stort antal provpunkter analyserades med avseende på defekter och frätgropar. De djupaste ojämnheter var 7  $\mu\text{m}$ .

Under det så kallade ABM-försöket, också det vid Äspölaboratoriet, exponerades kopparbitar i olika bentonitmaterial vid ca 80°C under fem års tid [45]. De djupaste ojämnheter



uppgick till ca 20  $\mu\text{m}$ . Defekter med det djupet kunde dock också mätas upp på referensprover som hade förvarats torrt under hela experimentet. SKB drog därvid slutsatsen att defekterna i detta fall inte primärt orsakats av exponeringen i slutförvarsliknande miljö utan snarare hade uppstått som ett resultat av mekanisk bearbetning vid tillverkningen av proverna.

FESEX-försöket, som genomförts under många år i Grimsellaboratoriet i Schweiz, avser primärt liggande stålkapslar i en fullstor buffert. Under försöket har också två kopparkuponger upphettats i leran upp till 100°C under arton års tid. Den djupaste ojämnheten på dessa kuponger uppmättes till 100  $\mu\text{m}$  [35], dvs. betydligt djupare än motsvarande defekter från SKB:s egna försök.

SKB noterar avslutningsvis att ojämnheter med de djup som nämns ovan kan enligt teoretiska analyser och statistisk bearbetning komma att överskridas och uppgå till 200  $\mu\text{m}$  eller i extrema fall maximalt 1 mm. Dessa analyser baseras på att syre är den dominerande oxidanten. Eftersom tillgängligt syre inte kan överskrida en tydligt definierad övre gräns har denna typ av korrosion ändå en mindre betydelse i sammanhanget av en kopparkapsels långsiktiga beständighet. Dessa angrepp är långt under vad som på ett betydande sätt hade kunnat påverka integriteten för det 50 mm tjocka kopparhöljet i KBS-3-kapseln. Gropfrätning orsakad av sulfid, exempelvis i form av så kallad mikrogalvanisk korrosion, behöver beaktas i sammanhanget, vilket SKB även har gjort i samband med kompletteringen av tillståndsansökan [4], men kan inte studeras under LOT-försöken eftersom bildning av kopparsulfider inte har skett i tillräcklig omfattning eftersom syre har varit den dominerande korrodanten under försökens, ur ett säkerhetsanalysperspektiv, korta tidsrymd.

## 7 Extern granskning av SKB:s LOT-projekt upptag och utvärdering av LOT S2 och A3 utförd av Galson Sciences

Detta granskningsarbete som har utgjort ett stöd för SSM:s egen granskning utgör en "Technical note" i SSM:s rapportserie [16]. Nedan följer en sammanfattning av Galson Sciences huvudsakliga slutsatser och observationer.

Granskarna börjar med att påpeka några av LOT-försökens begränsningar:

- Korrosionskuponger av koppar, kopparrör, och referensmaterial har inte karaktäriserats utförligt i samband med att projektet påbörjades för 20 år sedan.
- Inga mätningar av mikrobiella populationer som kan påverka syreförbrukning har genomförts.
- Det finns inget sätt att definitivt avgöra tidsskalan för den aeroba fasen.
- Det fanns ingen mätning av utvecklingen av redoxförhållanden i bentonit under försöken eftersom sådan teknologi var begränsad under 90-talet.
- Det finns inga mätningar på de delar av kopparrören som exponerats för de högsta temperaturerna dvs. vissa delar av A3 försöket.

Betydelsefulla resultat bedöms vara den ackumulerade korrosionen under 20 år för kopparrören som är 0,2 – 4,8  $\mu\text{m}$  för S2 och 0,2 – 13,8  $\mu\text{m}$  för A3 baserat på mätningar av mängden koppar i bentonitlera. Eftersom det inte finns stora skillnader jämfört med tidigare LOT-faser som avser betydligt kortare tid antyder detta att korrosionen ägde rum under ett tidigt stadium av försöken, men det går inte att avgöra hur stor del av korrosionen som kan ha skett under de 4 månader som förflöt innan värmarna slogs på. Den maximala årliga korrosionshastigheten kan beräknas till 0,7  $\mu\text{m}$  för de varmaste delarna av A3, som dock inte kan anses var representativ.



Den ackumulerade korrosionen på 0,7 till 1,3  $\mu\text{m}$  på korrosionskupongerna är konsekvent med motsvarande korrosion för tidigare faser (1,5 till 4,8  $\mu\text{m}$ ), där skillnaderna bedöms bero på rumslig variation hos lokala betingelser.

Faserna i slutförvarets utveckling noteras med inledande korrosion orsakad av initialt tillgängligt syre, och en lång anaerob fas med korrosion av sulfider från omgivande grundvatten, samt möjligen en intermediär fas med koppar(II)joner av begränsad betydelse. Granskarna konstaterar dock att tjockare lager av korrosionsprodukter i ojämnheter kan tyda på att gropfrätning har ägt rum.

Med tanke på att det inte med säkerhet går att avgöra varken återmättnadstider eller effekten av syrekonsumerande processer innebär det att alternativa tolkningar av korrosionsprocessernas förlopp går att göra, så som att en anaerob temperaturberoende process kan ha gett upphov till korrosion innan sulfidjoner tillkommit. Man anser dock att korrosion av koppar genom sulfidjoner vida överstiger en sådan postulerad korrosionsprocess, och därför har större betydelse i säkerhetsanalyssammanhang.

Den alternativa tolkningen stöds dock inte av den generella observationen från LOT-paketen att det mesta av korrosionen verkar ha ägt rum under den tidiga fasen då förutsättningarna har varit aeroba. Även om det inte med absolut säkerhet går att avgöra att korrosionen av koppartuber och korrosionskuponger i huvudsak har ägt rum under den aeroba fasen, finns det inga belägg från dessa försök att SKB:s tolkning av koppar-korrosion under LOT-försöken är inkorrekt.

Granskarna framför vidare ett antal olika förslag kring utökade analyser som SKB kan överväga inför upptaget av den sista LOT fasen S3, exempelvis kan ytterligare mätningar underbygga korrosionens temperaturberoende, orsaker till ojämna korrosionsangrepp, samt förekomst av kopparsulfider, och väteladdning.

## 8 Inkomna synpunkter från Miljöorganisationernas Kärnavfallsgranskning (MKG), Miljöorganisationernas kärnavfallssekreteriat (Milkas) och två korrosionsforskare

Som framgår av avsnittet 4.1 har MKG under många års tid uttryckt ett starkt intresse för SKB:s LOT-projekt. I samband med uppstarten av SSM:s granskningsprojekt genomfördes ett digitalt möte 30/9-2020 med representanter från MKG, Naturskyddsföreningen (SNF) och två korrosionsforskare verksamma vid KTH. Förutom SSM:s egna medarbetare deltog även två externa experter från SSM:s upphandlade expertstöd Galson Sciences Ltd. Vid mötet redogjorde SSM för sina granskningsplaner, medan MKG/SNF/forskarna förklarade sina farhågor och observationer kring LOT. Vid ett senare tillfälle inkom också synpunkter från miljöorganisationen Milkas. De relaterade dokument som senare kommit SSM till handa är:

- MKG:s första skrivelse till SSM:s kvalitetsgranskning av LOT (daterad 8/10 2020). Denna skrivelse innehåller ungefär de synpunkter som framkom under mötet.
- MKG:s andra skrivelse till SSM:s kvalitetsgranskning av LOT (daterad 9/11 2020).
- MKG:s tredje skrivelse till SSM:s kvalitetsgranskning av LOT (daterad 11/12-2020).
- MKG:s fjärde skrivelse till SSM:s kvalitetsgranskning av LOT (daterad 5/3 2021).
- MKG:s kritik mot SSM:s granskning av LOT-försöken (daterad 17/12-2020)
- Milkas skrivelse om SKB:s LOT-försök (daterad 5/2-2021).





- Två skrivelser med synpunkter från de två korrosionsforskarna (daterade 23/11-2021 och 26/2-2021).

Dessa dokument sammanfattas nedan.

### 8.1 Den första skrivelsen från MKG (SSM2020-5740-8)

I den första skrivelsen tar MKG upp två frågor: 1) huruvida resultat från LOT-försöken kan visa på oväntat omfattande kopparkorrosion med gropfrätning som skulle visa att SKB:s vetenskapliga bas för kopparkorrosion i säkerhetsanalysen är felaktig, 2) att MKG är skeptisk till SKB:s vetenskapliga integritet, och till oberoendet av de externa experter som SKB anlitar. Dessa två huvudsakliga teman återkommer i de följande skrivelserna.

Beträffande den första frågan är en särskilt viktig aspekt vid vilken tidpunkt syrgasfria förhållanden uppstår under ett försök som LOT, och MKG förutser att detta kan bli en kvarstående fråga även efter SSM:s granskning och föreningen rekommenderar därför genomförande av ytterligare LOT-försök särskilt utformade för just den frågeställningen. Det bedöms varken vara kostsamt eller särskilt svårt att genomföra sådana nya försök, vilka skulle kunna ge svar på frågan när försöket blir anoxiskt och hur mycket korrosion som då har skett.

MKG är av uppfattningen att hittills erhållna resultat från olika försök, som förutom tidigare faser av LOT omfattar SKB:s REX- och MiniCan-försök samt även FE- och FEBEX experimenten i Schweiz, visar att all kopparkorrosion under FEBEX och LOT skett under syrefria förhållanden redan från starten (för just kopparröret i LOT A3 anges dock att den mesta av korrosionen skett under syrefria förhållanden men inte all). Detta uppges bero på att tillgängligt syre förbrukas av mikrober och andra kemiska processer i bentoniten innan syret har en möjlighet att reagera med koppar. Det framhålls bland annat att även SKB:s egna experter har påpekat att den oxiderande perioden verkar bli betydligt kortare än man tidigare hade räknat med. MKG betonar också starkt att SKB:s slutsats att identifierade korrosionsprodukter under hittills genomförda försök tyder på korrosion under oxiderande betingelser är fundamentalt fel. Om korrosionen sker som ett resultat av reduktion av vattenmolekyler skulle samma korrosionsprodukter bildas även utan syre (*SSM:s anm.* korrosionstypen brukar ibland benämnas korrosion i rent syrgasfritt vatten).

MKG anser att SKB:s rapportering från den tidigare avslutade LOT-fasen A2 [20] (*SSM:s anm.* under vilken koppar exponerats i cirka sex år) uppvisar olika brister som att den oväntat omfattande korrosionen av kopparröret inte rapporterats, att kupongerna som exponerats för 70°C blivit förstörda och inte visas, samt att inga tvärsnitt från mikroskopiundersökningar visats. I en efterföljande rapport [23] tas dock korrosion av centralröret upp och förklaras med att det i experimentet funnits en tillräcklig syremängd för att nästan förklara korrosionens omfattning fastställd genom mätningen av koppar i bentonit. Förklaringen avfärdas av MKG med motiveringen att det bildats ett omfattande lager av korrosionsprodukter på höljet som inte medräknats samt att det är omöjligt för syre från avlägsna delar av paketet att nå kopparröret eftersom det sannolikt konsumeras av mikrober och andra processer och därför aldrig deltar i kopparkorrosion.

Beträffande det arton år långa FEBEX-försöket i Schweiz genomfört av den Schweiziska kärnavfallsorganisationen NAGRA [35] konstaterar MKG att det i rapporteringen anges att korrosion under hela försöket har skett i oxiderande miljö. MKG bedömer dock att detta är svårt att förklara eftersom anoxiska förhållanden normalt uppstår efter bara några månader, samt att det är oklart hur inläckage av syre kan nå metallkupongerna eftersom syret skulle förbrukas av bakterier och kemiska processer. MKG ifrågasätter även om författarna till FEBEX-rapporten har förstått att anoxisk syrgasfri korrosion av den stora

stålkapslen kommer äga rum, mot bakgrund av författarnas kommentar att syre förbrukas som en följd av korrosion av stål.

Beträffande frågan om SKB:s vetenskapliga integritet och SKB:s externa experters oberoende, anför MKG att bolaget Clay Technology AB i stort sett enbart utför uppdrag för SKB och därför inte kan separeras från SKB. MKG pekar vidare ut en specifik medarbetare på Swerea/KIMAB (*SSM:s anm.* nuvarande RISE KIMAB) som har en lång historia av att genomföra SKB-projekt, och som har deltagit i två projekt för SKB som MKG betraktas som problematiska eftersom de inte har blivit publicerade. En annan fråga som MKG tar upp är att man har noterat att SKB, efter publiceringen av resultat från LOT A2, inte har velat ta upp LOT S2- och A3-paketet. Man pekar också på att SKB i ett kontrakt med Uppsala Universitet förbehåller sig rätten att fritt disponera, ändra och bearbeta resultat från projektet. MKG förstår detta som att SKB kan välja att enbart publicera resultat som är fördelaktiga för bolaget.

MKG anför en lista på redovisningar de vill se i SKB:s rapport om LOT S2 och A3, så som bilder på kopparkuponger och rör; 1) bilder inklusive tvärsnitt från mikroskopiundersökningar, 2) bestämningar av kopparhalt i bentonit och korrosionsprodukter direkt på kopparröret, 3) beräkningar av korrosionshastighet för kuponger och det centrala kopparröret. Dessutom efterfrågas en bedömning huruvida det är mera korrosion i LOT A3 än i LOT S2, och vad skillnaden är med avseende på korrosion i S2 som ligger närmare slutförvarstemperatur. Till sin första skrivelse har MKG som bilagor tagit med ett antal rapporter och publikationer om tidigare faser av LOT, samt rapporter från FEBEX- och ett annat av SKB:s försök vid Äspölaboratoriet benämnt REX [36].

## 8.2 Den andra skrivelsen från MKG (SSM2020-5740-16)

Den andra skrivelsen till SSM från MKG inkom efter att SKB:s rapport om resultaten från LOT S2 och A3 hade blivit publicerad [2], och efter att MKG hade tagit del av vissa dokument som SKB skickade in till SSM (bilaga 1).

MKG efterfrågar rapporter direkt från RISE/Swerim i versioner som inte har blivit kvalitetsgranskade av SKB eftersom SKB:s kvalitetsgranskning möjligen medför att resultat som inte är fördelaktiga för bolaget inte publiceras. Det påpekas också att kontrakt mellan SKB och RISE/Swerim bör granskas, samt att de olika konsulterna bör kontaktas för att säkerställa att deras arbete är korrekt redovisat i [2].

MKG efterfrågar vidare mer specifika uppgifter kring metallografiska tvärsnitt av kopparytor, samt att bilder av samtliga kopparytor publiceras för att säkerställa tillgång till de mest vetenskapligt intressanta delarna av dessa ytor för att förstå kopparkorrosion och dess omfattning.

MKG anser att en viktig fråga är huruvida både spalten mellan berget och bentoniten, och spalten mellan bentoniten och kopparröret blev initialt vattenfylld, eller om det endast var frågan om den förstnämnda. Om det bara var frågan om den yttre spalten skulle det finnas mera luft invid röret. Enligt MKG:s uppfattning är det därför viktigt att mer i detalj ta reda på hur den initiala tillförseln av grundvatten genom titanrören gick till (till försöken A0, A2, A3, S2 och S3).

Enligt MKG:s uppfattning är en annan viktig fråga om det helt kan uteslutas att syreläckage har ägt rum från tunneln ovanför LOT-försöken. I detta sammanhang omnämns SKB:s faktagranskning av [2] utförd av SKB:s egna sakgranskare och deras bedömningar att korrosion orsakats av kvarvarande dock inte av inläckt syre. Beträffande en av granskarnas kommentar om att syrgas kunnat detekteras under hela det arton år



långa FEBEX-försöket påpekar MKG att låg redoxpotential har uppmätts i bentoniten, och att syremätningarna är antingen artefakter eller påverkade av syreläckage.

MKG påpekar att SKB i rapporten [2] inte har publicerat bilder och metallografiska tvärsnitt på de varmaste sektionerna av de centrala kopparrören för S2 och A3. MKG påpekar att detta behövs dels för att studera korrosionens omfattning, dels för att undersöka gropfrätning. Samma information efterfrågas för kopparrörens bottenplattor. Här menar MKG att dessa ytor har exponerats för förvarstemperatur (A3), och sannolikt för anoxiska betingelser från tiden då värmarna slogs på. En intressant observation bedöms vara att korrosionen verkar vara mera omfattande på bottenplattorna än på rörsektionerna, vilket skulle kunna förklaras av att anoxiskt grundvatten är mera fritt tillgängligt i den omgivande sanden. En annan skillnad som uppmärksammas är att SKB i [2] kommer fram till ett maximalt korrosionsdjup på 13,8  $\mu\text{m}$  för LOT A3 med en exponeringstid på 20 år när motsvarande korrosion är 9,6  $\mu\text{m}$  för LOT A2 med en exponeringstid på 6 år. SKB behöver kunna förklara varför det är mera korrosion efter tjugo år än efter sex år om de båda försöken har exponerats för samma mängd syre.

SKB har uppskattat de centrala kopparrörens korrosion genom att mäta mängden koppar som har ackumulerats i bentoniten. MKG pekar på att de korrosionsprodukter som sitter direkt på de korroderade ytorna måste läggas till för att få fram den totala omfattningen av korrosion, vilket inte har gjorts i [2]. Detta bör öka den uppskattade korrosionens omfattning med minst en faktor 2. För att få reda på korrosionens omfattning på den heta delen av röret krävs bilder på de korroderade ytorna efter att bentoniten avlägsnats.

Enligt MKG:s uppfattning blev gapet mellan berg och bentonit fyllt med anoxiskt vatten i ett tidigt stadium, vilket innebär att det egentligen bara är syre i den omättade leran som skulle kunna vara tillgängligt för att reagera med koppar. En betydande del av detta syre konsumeras förmodligen av bakterier och andra kemiska processer och kan därför inte röra sig mot kopparn. MKG pekar på att även om det inre gapet mellan bentoniten och kopparröret var vattenfyllt kan syre inte nå kopparröret överhuvudtaget eftersom det omedelbart skulle bli förbrukat av bakterier. MKG påpekar att bakterier som normalt inte använder syre som elektronacceptor ändå kan utnyttja syre om det finns tillgängligt.

SSM uppmanas att undersöka SKB:s slutsats att korrosion kan ha ägt rum innan värmarna slogs på, det vill säga vid 10-15°C, i synnerhet mot bakgrund av att de inre kopparytorna av röret inte verkar ha korroderat nämnvärt. Denna observation anser man för övrigt vara intressant med tanke på att insidan definitivt har blivit exponerad för syre under tjugo års tid. SSM uppmanas att följa upp frågan och särskilt observera att korrosionen verkar vara något mera omfattande på den nedre delen av röret där vatten sannolikt initialt varit mest tillgängligt innan vatten torkades bort efter att värmarna slagits på.

Beträffande korrosionsprocessen anoxisk korrosion med vattenmolekyler så efterfrågar MKG en analys av om tillgänglighet av vattenmolekyler kan anses ha påverkat korrosionen, till exempel genom att jämföra korrosion av korrosionskupongerna och kopparrören. SSM uppmanas därför söka efter information om mängden vatten i bentonit som har varit i direktkontakt med kopparytor. MKG uppmanar också SSM att undersöka möjligheten att studera korrosion i oxiderande miljö med isotopmärkt syre i vattenmolekyler, eftersom man menar att korrosion även i syrgasmiljö kan förvärras när vatten också är tillgängligt.

MKG uppmanar slutligen SSM att använda sig av de två korrosionsforskarna vid KTH. MKG avslutar med att påpeka betydelsen av att SSM ser till att det informationsbehov som identifierats blir omhändertaget så att alla osäkerheter kan elimineras inför regeringens beslut om SKB:s tillståndsansökan.

### 8.3 Den tredje skrivelsen från MKG (SSM2020-570-32)

Efter att ha följt de inledande delarna av SSM:s mötesserie med SKB inkom MKG med kompletterande synpunkter i denna skrivelse. MKG vill särskilt uppmärksamma resultat från det så kallade ”Full Scale Emplacement” Experimentet i Mont Terri, Schweiz, även kallat FE-experimentet [36]. Resultaten visar att tunneln blev syrgasfri efter några månader. MKG noterar att den mest betydelsefulla processen verkar vara adsorption av luftsyre på leran, och drar slutsatsen att luftsyre inte kan ha varit tillgängligt i nära kopparrören i LOT, antingen därför att anoxiskt grundvatten har fyllt spalten, eller att gassorption av syre på lera har medfört att luftgapet blivit anoxiskt.

Från SKB:s svar på frågor noterar MKG att även SKB konstaterar att det inte finns några tecken på att syre har läckt in efter att försöket har installerats. MKG menar också på att försöket har blivit vattenfyllt snabbt efter att värmarna slagits på och att det därför varit anoxiskt grundvatten närmast kopparrören.

MKG noterar också att SSM omnämner järn(II) löst i grundvatten som en tänkbar syreförbrukande process, och konstaterar att detta förmodligen är fel spår eftersom SKB:s tidigare REX-försök har visat att fakultativt anaeroba bakterier kan konsumera syre på några dagar i grundvatten i berget. Nedbrytning av organiskt material ger bäst energiutbyte i samband med aerob respiration, men att bakterierna i frånvaro av syre utnyttjar andra elektronacceptorer. MKG är därför övertygad om av LOT-paketet blev anoxiska mycket snabbt och att mycket lite syre kan ha orsakat korrosion, vilket i synnerhet gäller för bottenplattan.

MKG konstaterar vidare att de varmaste ytorna på kopparrören respektive bottenplattan inte har studerats i detalj, och att metallografiska tvärsnitt saknas. Man menar att SKB:s jämförelser av LOT-paket och resultat från FEBEX är irrelevant av detta skäl. MKG konstaterar vidare att SKB:s resultat att tjockleken på lagret av korrosionsprodukter närmast kopparn är cirka 1 µm inte är dokumenterat och verifierat för de varmaste delarna av kopparrören.

En fråga som bedöms vara särskilt betydelsefull ur kvalitetsgranskningsperspektivet är att SKB inte har skickat in alla sina underliggande dokument till SSM så att de är tillgängliga i diariet. De åtta dokument som SKB betraktar som SKB interna och som SSM:s personal har kunnat gå igenom men inte ta hem bedöms vara särskilt betydelsefulla för att säkerställa vetenskaplig integritet. De två dokument som särskilt omnämnts innehåller resultat från RISE/Swerim som bildar underlag för SKB rapporten [2]. Utan ha tillgång till dessa dokument görs bedömningen att SSM inte kan kvalitetsgranska LOT-projektet och säkerställa vetenskaplig integritet. MKG uppmanar också SSM att ta direkt kontakt med forskarna på RISE/Swerim för att förstå deras uppfattning om hur SKB projektet har förlöpt och hur det har rapporterats i [2].

MKG påpekar också att de två korrosionsforskarna drar slutsatsen att LOT-försöken visar på anoxiskt korrosion i svenska grundvatten som är katastrofal för KBS-3 metoden. SSM uppmanas att ta i beaktande analyser som inte nödvändigtvis överensstämmer med den nuvarande uppfattningen kring kopparkapselns integritet.

MKG påpekar återigen betydelsen av att SSM tar ansvar för att all information och dokumentation kring LOT görs tillgänglig och beaktas. MKG saknar nämligen den befogenheten. Alla osäkerheter kring risker med slutförvaret måste avlägsnas innan regeringen kan fatta ett beslut i frågan.

#### **8.4 Den fjärde skrivelsen från MKG (SSM2020-5740-48)**

MKG anser det vara problematiskt att SKB och inte SSM har tagit fram minnesanteckningar från granskningsmöten mellan SSM, SKB och Galson Sciences. Man anser vidare att det finns en risk att SSM betraktar SKB:s slutsatser som absoluta sanningar. MKG anser det vara en stor brist att inga analyser har gjorts av de varmaste delarna av kopparrören och bottenplattorna, med tillhörande analyser av inte bara leran utan även av korrosionsprodukterna i direkt anslutning till metallen. SSM borde begära att dessa analyser genomförs. Ytterligare synpunkter är att gropfrätning, sulfidkorrosion, syreförbrukningsreaktioner, samt tillförseln av anoxiskt grundvatten till LOT-försöken behöver ytterligare utredas av SSM. MKG påminner också om sin tidigare framförda synpunkt nya förenklade LOT-experiment som utformas och installeras på samma sätt som de tidigare faserna i vilka syreförbrukning kan mätas.

#### **8.5 MKG:s synpunkter på SSM:s arbete med kvalitetsgranskning av SKB:s LOT-försök (SSM2020-5740-34)**

MKG framför i denna skrivelse synpunkter på bl.a. SSM:s grundinställning till LOT-projektet så som att man uppfattar ett svagt intresse för försökens kopparkorrosionsresultat, SSM har en förutfattad mening, att man inte tillräcklig utsträckning beaktar slutsatser från de två korrosionsforskarna vid KTH, samt att myndigheten inte diarieför dokument i tillräcklig omfattning.

#### **8.6 Skrivelsen från Miljörelensens kärnavfallssektariat Milkas (SSM2020-5740-47)**

Milkas konstaterar att SKB:s kopparkapslar inte fungerar med tanke på att korrosionen kan vara 1000 gånger snabbare än vad SKB har räknat med. Det innebär att kapslarna börjar läcka radioaktivitet efter 100 år istället för efter 100 000 år som hade behövts. SKB:s Äspöförsök bedöms vara undermåligt, dels med tanke på avsaknaden av gammastrålning som påskyndar korrosion, dels eftersom upptagningen har omgetts med ett stort hemlighetsmakeri. Transparens och offentlighetsprincipen har kringgåts av både SKB och SSM (*SSM:s anm.* SKB omfattas dock inte av offentlighetsprincipen).

Milkas påpekar vidare att korrosionsforskare vid KTH konstaterat att resultat från LOT-försöket innebär en katastrof för KBS-3-metodens färdighet. Det schweiziska FEBEX-försöket visar att koppar var det sämsta materialet från korrosionssynpunkt som testades. Svavel, klor, karbonat, hydroxisalter och vattenmolekylerna reagerar med koppar. Bakterier påverkar också. Detta leder till spänningskorrosion, gropfrätning, väteförspredning. Leran är inte heller sprickfri vilket ökar korrosionen. Milkas menar att SKB:s tolkning är osannolika bortförklaringar samt att både SKB och SSM ägnar sig åt hemlighetsmakeri.

Milkas påpekar slutligen att det finns alternativ till koppar som barriärmaterial. Man föreslår bl.a. titan eller tantal-legeringar samt tennlegerad koppar som är 100 gånger mera motståndskraftig i förhållande till olegerad koppar. Olegerad koppar måste överges om kapslarna för högaktivt avfall ska hålla i 100 000 år. Milkas anser att det är anmärkningsvärt att SSM till skillnad från mark- och miljödomstolen och landets främsta korrosionsforskare gått på kärnkraftindustrins bluff om olegerad koppar.

#### **8.7 Den första skrivelsen från korrosionsforskarna (SSM2020-5740-19)**

De huvudsakliga synpunkterna avser att SKB anses ha förbisett effekten av mikrobiell aktivitet i grundvattnet, samt att de har använt felaktig termodynamik för att förklara att

observerad korrosion i samband med LOT-försöken härrör från reaktion med syre. Man påpekar också att SKB har utelämnat undersökningar av de mest korroderade delarna av det centrala kopparröret och kopparrörens bottenplattor.

I skrivelsen påpekas att resultat från REX-projektet [35] visar att mikrober konsumerar syre på några dagar, och man gör bedömningen att ett anoxiskt tillstånd omedelbart uppstod i LOT-försöken efter det att trycksatt syrefritt grundvattnen injicerats genom titanrör. De båda forskarna anför vidare att de båda identifierade korrosionsprodukterna  $\text{Cu}_2\text{O(s)}$   $\text{Cu}_2(\text{OH})_3\text{Cl(s)}$  är stabila i både oxiderande och kemiskt reducerande förhållanden, och dess förekomst därför inte bevisar någonting.

Man bedömer vidare att metallografiska tvärsnitt av de varmaste delarna av rören bör tas fram, och att gropfrätning av omfattningen 100  $\mu\text{m}$  skulle kunna förväntas mot bakgrund av resultat från FEBEX-försöket med exponeringstider av ungefär samma längd. Motsvarande information eftersöks även för bottenplattorna där korrosionsdjup på 0,5 – 1 mm kan förväntas.

Slutligen påpekas att försöken har genomförts utan ett gammastrålfält, och man sammanfattar diskussionen med att försöken utgör bevis på katastrofal anoxisk korrosion i svenska grundvatten.

## **8.8 Den andra skrivelsen från korrosionsforskarna (SSM2020-5740-43)**

Författarna av skrivelsen påpekar att det inte har ingått i SSM:s uppdrag till Galson Sciences att identifiera nya uppgifter till SKB. Man anser att så borde varit fallet och att sådana nya uppgifter skulle vara obligatoriska för SKB att genomföra. Man konstaterar vidare att om de externa experterna hade beaktat fakultativa bakterier, så borde det varit uppenbart att exponeringen under LOT har varit enbart anoxisk, och så även den katastrofala korrosionen. Man uppmärksammar även frågan om väteladdning som ger upphov till väteförspredning och spänningskorrosion, men att detta inte kan detekteras som en följd av närvaro av syre i kopparrören. Man påpekar att koppar reagerar med vattenmolekyler, och att i en aggressiv grundvattenmiljö bildas enligt termodynamiken olika kopparfaser tillsammans med lokal korrosion. Det anses vetenskapligt bevisat att syre förbrukas snabbt genom mikrobiell aktivitet.

## **9 SSM:s Bedömningar**

### **9.1 Bedömning av organisatoriska frågor, projektstyrning och kvalitetssäkring**

#### **9.1.1 LOT-projektets organisatoriska upplägg**

Enligt SSM:s bedömning är SKB:s organisatoriska upplägg av projektets brytning och utvärdering av LOT (faserna S2 och A3) lämpligt. Genomförandet i en projektorganisation med tydliga roller och ansvarsfördelningar, samt användning av aktivitetsplaner, metodbeskrivningar, riskanalyser etc. ger förutsättningar att minimera projektrisker och att erhålla tillförlitliga resultat. SKB:s generella projektstyrmodell som omfattar användning av beslutsgrindar för tydlig uppdelning av projektet i olika mognadsfaser, har kanske en mer avgörande roll i större och mer komplexa projekt än detta, men modellen bedöms ändå ha medfört förbättrade möjligheter för SKB:s ledning att kunna följa

projektets genomförande, och för att minska risken för att oöverlagda eller förhastade beslut fattas i någon del av projektorganisationen.

Med tanke på att LOT-försöken är en del av Äspölaboratoriet, i vilket ett stort antal underjordsförsök pågår samtidigt som potentiellt kan påverka varandra, är det viktigt med en central styrning och överblick. Ett sådant förfarande har etablerats och tillämpats där samtliga åtgärder i underjordsmiljö måste godkännas i förväg, delaktiviteter ska specificeras och signeras, och avvikelser ska dokumenteras. SKB nämner användandet av ämnesexperter och en särskild kvalitetssäkringsgrupp för alla försök i Äspölaboratoriet som exempel på specifika kvalitetshöjande åtgärder, vilket SSM bedömer vara ett lämpligt tillvägagångssätt.

Av det aktuella LOT-projektets (S2 och A3) tre delar *brytning, koppar och bentonit* kommenterar SSM i denna granskning endast de två första eftersom, vilket tidigare har nämnts, resultat från bentonitdelen av projektet ännu inte har avrapporterats av SKB. I samband med det första momentet är friborrning och upptaget samt grovdelningen och paketeringen av material relativt svåra arbetsmoment som behöver genomföras med hög precision och under väl förberedda och kontrollerade former. Bakgrunden är, bland annat, att under upptaget av tidigare LOT-faser har ett par typer av tekniska missöden inträffat, så som att bentonitlera har spolats bort i samband med borring, samt att korrosionskuponger har skadats i samband med att de frilagts från bentonitblock. SSM bedömer dock att SKB denna gång har varit väl förberedda och tillgodogjort sig tidigare erfarenheter. SKB har tagit fram detaljerade planer kring hur upptagen skulle genomföras, och arbetsmomenten verkar ha förlöpt utan betydande problem. För de analyser som hittills har genomförts på plats med avseende på bentonit (XRF, densitetsmätningar) finns enligt SSM:s bedömning tillräckligt detaljerade metodbeskrivningar framtagna. SSM anser också att SKB:s rutiner för kvalitetssäkring av rapporter och data är av lämplig omfattning och inriktning. Kommentarer från tre externa granskare av en tidig version av SKB:s rapport bedöms ha förbättrat läsbarheten samt har givit vissa nya infallsvinklar kring tolkningen av resultaten.

### 9.1.2 Användning av externa utförare

De mest betydelsefulla arbetsmomenten för denna del av upptagsprojektet är de undersökningar av korroderade kopparytor som genomförts av en extern utförare till SKB (RISE/Swerim i Kista utanför Stockholm). SSM bedömer att dessa undersökningar är gjorda med lämpliga metoder och har hög kvalitet. Undersökningarna av korroderade ytor är betydligt mer omfattande och detaljerade än vad som redovisades för de tidigare LOT-faserna, senast LOT A2 [20]. De är också gjorda av en annan större leverantör jämfört med tidigare LOT-faser. SSM bedömer att konstellationen RISE/Swerim har hög trovärdighet och lämplig kompetens för att utföra den stora uppsättningen analyser och undersökningar som finns översiktligt beskrivna i denna rapport (se avsnitt 6.2). SKB gjorde bedömningen att RISE/Swerim var den enda svenska leverantören som kunde göra samtliga efterfrågade analyser under ett och samma tak, vilket är en bedömning som SSM inte har funnit något skäl att ifrågasätta.

RISE och Swerim är båda bolag med staten som ägare respektive delägare, och som arbetar inom bland annat korrosionsområdet, med bakgrund av en lång tradition av genomförande av relevanta forsknings- och utredningsuppdrag. SKB är bara en av många kunder för vilka bolagen gör analyser inom korrosionsområdet. I RISE-koncernen är arbeten med höga kvalitetskrav en del av kärnverksamheten mot bakgrund av ansvarsområden inom kalibrering och mätning. SSM är medveten om att korrosionsavdelningen inom RISE inte tillämpar kvalitetskraven inom ISO 17025 som är en grund för andra verksamheter inom koncernen. Det finns dock förklaringar till detta, som att nära hälften

av verksamheten är forskningsinriktad, samt att korrosionsutredningar ofta är mer mångfacetterade än många andra typer av mätningar. Förutsättningar inom olika uppdrag skiljer sig åt på ett sådant sätt att standardmässiga tester ofta inte kan tillämpas. SSM har inte haft ta del av detaljerade aktivitetsplaner och metodbeskrivningar för RISE/Swerim:s del i samma utsträckning som för de delar av projektet som har genomförts i SKB:s egen regi. SSM bedömer dock att den information som finns i rapporten [2], samt den information som SSM fick ta del i samband med ett studiebesök hos RISE/Swerim (bilaga 3) har givit en tillräckligt bra bild av bolagets del i LOT-projektet S2 A3.

För de två övriga externa leverantörer som SKB har anlitat i projektet (Clay Technology och Uppländska Bergborning AB) bedömer SSM att deras uppgifter utgörs av väldefinierade arbetsmoment som beskrivs i tillräcklig hög detaljeringsgrad i SKB:s aktivitetsbeskrivningar. Arbetsmomenten har också genomförts flera gånger tidigare på ungefär samma sätt, och sekvenser från arbetet finns dokumenterade genom filmning. Clay Technology förväntas också ha en stor roll i det sista arbetspaketet *bentonit*, inom vilket även vissa bentonitanalyser utförs vid Åbo universitet.

### 9.1.3 Rapportering

Beträffande rapportering från projektet har SKB valt att publicera huvuddelen av de experimentella resultaten i en samlingsrapport [2] som innefattar beskrivning av analys- och undersökningsmetoder, ett stort bildmaterial, sammanställningar av mätresultat samt tolkningar av resultaten utifrån de tre utgångspunkterna 1) analys av korrosionsprodukter, 2) omfattningen av korrosion, samt 3) morfologi för korrosionsprodukter och korroderade kopparytor. Av totalt nio författare till rapporten är två SKB-medarbetare medan övriga författare är medarbetare inom RISE/Swerim som har deltagit i mätningar och koordinerat bolagets del i projektet. SSM konstaterar att denna rapporteringsform påminner om publicering i vetenskapliga tidskrifter. Till författare räknas personer som på ett betydande sätt har bidragit till resultaten, samt att de har arbetat med och står bakom slutsatser och rapportens helhet. Att det finns nio författare speglar den ganska stora spännvidden av mätinstrument som har använts. Det finns inga delrapporter eller underlagsrapporter, men bilaga C till rapporten har karaktären av delrapportering från RISE/Swerim till SKB. SSM har inget att invända mot SKB:s rapporteringsform med en utförlig TR-rapport utan underlagsrapporter. Rapporten har också kompletterats muntligen och skriftligen i samband med möten tillhörande SSM:s granskningsprojekt (bilaga 2 och 3). Det bör dock framhållas att för vissa stora och komplexa projekt kan delrapporter från externa leverantörer vara en bra rapporteringsform, bland annat eftersom slutrapportering från ett projekt kan göras kortare och mer kärnfull om underlagsrapporter kan åberopas som referenser. Kommunikation mellan SKB och underleverantörer kring dokumentation, vem som fattar olika typer av beslut samt ansvarsfördelning är frågor som är betydelsefulla för ett stort forskningsprojekts genomförande.

### 9.1.4 Kontext för projekt brytning och utvärdering av LOT i SKB:s program

SSM granskar i denna rapport SKB-projektet *brytning och utvärdering av LOT S2 och A3*, men denna fas är bara en del av hela LOT-projektet som även inkluderar de tidiga momenten installationen av LOT och de förväntningar som fanns för tjugo år sedan kring vad projektet skulle åstadkomma, och de beslut som fattades kring försökets utformning vid den tidpunkten. I hela projektet ingår förutom koppar även bentonitdelarna, och dessutom den sista etappen av LOT S3 som förväntas kunna brytas någon gång under 2023. De rapporterade detaljerade analyserna av kopparytor som exponerats i en slutförvarliknande miljö under tjugo års tid är särskilt värdefulla från forsknings-synpunkt, men projektet kan även bidra på andra sätt. LOT utformades ursprungligen för att testa ett antal hypoteser kring omfattning och effekter kring olika kapsel- och



buffertprocesser [19]. Förutom att diskutera analys av uppfyllelse av dessa hypoteser skulle en framtida avslutande rapport för hela LOT-projektet även kunna innehålla en sammanställning av väsentliga praktiska erfarenheter, av betydelse för eventuella framtida försök. En sådan tillbakablick skulle kunna göras i samband med att även LOT S3 har avslutats.

SSM har tidigare angivit att ett program med olika demonstrationsförsök bör genomföras i en särskild försöksnisch under den tid ett slutförvar är under uppförande och driftövervakas. Dessa kan komma att omfatta nya långtidsförsök. Det primära syftet med dessa typer av försök, som utförs i samband med ett förvars konstruktion- och driftsfas, är demonstration av genomförbarhet och processförståelse som krävs inför olika kommande beslutssteg som till exempel idrifttagning och förslutning av slutförvaret (verifierande tester, [38]), snarare än renodlad forskning. Den långa tid som slutförvaret är i drift bör i den mån som det är möjligt och rimligt ägnas åt ytterligare informationsinhämtning.

### 9.1.5 Myndighetens beaktande av inkomna synpunkter med avseende på organisatoriska frågor

MKG tar i sina skrivelser upp några frågor kring SKB:s organisation; 1) föreningen är skeptisk till SKB:s vetenskapliga integritet, 2) man ifrågasätter oberoendet av de externa experter som SKB anlitar, 3) man påtalar risken för att SKB undanhåller viktig information samt att det finns kunskapsbrister och osäkerheter i bolagets rapportering. Dessa punkter kommenteras översiktligt av SSM nedan.

SKB:s vetenskapliga integritet har stor betydelse för möjligheterna att på ett förtroendeskapande och tillförlitligt sätt kunna bygga och driva en slutförvarsanläggning för använt kärnbränsle i Sverige. Det är nödvändigt att SSM och andra aktörer i slutförvarsfrågan får tillgång till betydande information om slutförvarets strålsäkerhet för att kunna genomföra sina granskningar och bedömningar. SSM har i sina granskningar av LOT och andra fältexperiment vid Äspölaboratoriet under årens lopp identifierat ett antal områden där SKB kunnat utveckla sitt kvalitetsarbete men inte funnit belägg för att SKB avsiktligt har undanhållit viktig information.

Som en del av den granskning som redovisas i denna rapport har, förutom dokumentgranskningen, tre möten med SKB:s närmast ansvariga personer och ett möte med SKB:s huvudsakliga leverantör RISE/Swerim genomförts. SSM har inte hittat några tecken på att SKB har undanhållit information vid dessa tillfällen. Om man ser till en längre tidsperiod av flera årtionden under vilken SSM/SKI/SSI har granskat SKB:s verksamhet bedömer SSM att tillgången till information från bolaget generellt har varit godtagbar.

MKG anger i sina skrivelser om LOT, liksom i flera tidigare skrivelser, att SKB inte velat ta upp LOT S2 och A3 eftersom de vill dölja sin osäkerhet kring betydelsen av om koppar reagerar med vattenmolekyler i syrgasfri miljö. I underlaget till sin tillståndsansökan förlitar sig SKB dels på vedertagen teoretisk förståelse av korrosionsprocesser, dels egna experiment för att särskilt undersöka den fråga som MKG:s (och även Milkas och korrosionsforskarnas) farhågor avser. Med tanke på att det är först efter slutlig förslutning av förvaret som SKB kan bli befriade från sina skyldigheter enligt kärntekniklagen, är det enligt SSM:s bedömning svårt att tro att SKB själva skulle tro på att man kan dölja en grundläggande kunskapsbrist. Liknande förutsättningar gäller även organisationer i de andra länder som planerar att använda koppar som inkapslingsmaterial (Posiva i Finland, och NWMO i Kanada).

MKG påpekar att SKB:s externa uppdragstagare inte kan betraktas vara oberoende från SKB eftersom de har ett ekonomiskt beroende av bolaget. De bolag som SKB anlitar i

samband med LOT är inte dotterbolag utan självständiga bolag och är i denna bemärkelse per definition oberoende. Deras verksamhet kan dock påverkas i olika grad av SKB. Exempelvis, så som även framkom under granskningen, kan stora bolag sannolikt komma att arbeta med sitt eget kvalitetsledningssystem, medan mindre bolag som inte har ett sådant system kan behöva tillämpa SKB:s system. Det är förvisso ett korrekt påpekande att bolagen inte är helt oberoende eftersom det av nödvändighet finns en ekonomisk förbindelse med SKB, men SSM menar att denna form av förbindelse inte på egen hand kan ses som problematisk, eller ett tecken på oärligt uppsåt. Väsentliga förutsättningar i en säkerhetsanalys, liksom bedömningen av betydelsen av olika processer för konceptets sammantagna skyddsförmåga, avgörs inte heller av enstaka studier, mätningar eller laboratorieförsök.

En av MKG:s framförda utgångspunkter är att samtliga osäkerheter måste vara lösta innan regeringen fattar sitt beslut i slutförvarsfrågan. Med tanke på frågans stora betydelse behöver omfattande och välplanerad informationsinhämtning genomföras. All information har dock inte lika stor betydelse och eftersom det inte finns oändliga resurser att tillgå för forskning och utredningar krävs att även andra utgångspunkter beaktas. SSM formulerar i sina föreskrifter krav på redovisning av osäkerheter och analys av deras betydelse inom en säkerhetsanalys (SSMFS2008:21, bilaga 1). Såväl tillämpad slutförvarsforskning som granskningsinsatser av SSM och andra parter bör så långt som möjligt underbyggas av kopplingen till strålsäkerhetsbetydelse och kravuppfyllelse. Kopplingen till hur forskningsfrågor relaterar till riskanalysen är också ett viktigt verktyg för prioritering av exempelvis olika forskningsinsatser.

## 9.2 Bedömning av resultat från korrosionsdelen av LOT S2 och A3

### 9.2.1 Korrosionens omfattning

SSM konstaterar att omfattningen av korrosionsangrepp som har noterats i samband med LOT S2 och A3, någon eller några  $\mu\text{m}$  för korrosionskupongerna och 5-15  $\mu\text{m}$  för de centrala kopparrören, är som förväntad och konsekvent med tidigare resultat från LOT, vilka beaktades av SSM i samband med tillståndsprövningen. Resultaten från S2 och A3 visar på en liknande korrosionsomfattning som i tidigare LOT-faser, trots den betydligt längre exponeringstiden på tjugo år (jämfört med sex år respektive drygt ett år för de tidigare försökspaketerna). Detta tyder på att den allra största delen av korrosionen sker tiden efter att experimentet har installerats. Korrosionsförloppet med en initial oxiderande fas fanns beskrivet redan i den första säkerhetsrapporten för KBS-3 metoden [39]. En mer detaljerad beskrivning av detta initiala korrosionsförlopp finns beskrivet i kapitel 4 i [31] som utgjorde ett underlag för SKB:s tillståndsansökan.

Två omgivningsfaktorer som påverkar korrosion under den första fasen i ett slutförvars utveckling är förekomsten av oxiderande kemiska förhållanden direkt efter förslutning, och omättade buffertförhållanden. Oxiderande förhållanden i annars normalt kemisk reducerande betingelser i berggrunden uppstår på liknande sätt i försöken genom att de initieras under atmosfäriska förhållanden med tillgång till syrgas i luften som sedan gradvis förbrukas. Förekomsten av initialt omättade buffertförhållanden innebär att bentonitens tätande effekt uppnås till fullo först efter buffertens mättnadsförlopp under vilket den tar upp vatten från omgivande berg och i fallet LOT även via rören med artificiellt tillfört grundvatten.

Effekten av den sistnämnda aspekten utgör enligt SSM:s bedömning en bidragande faktor till varför den genomsnittliga korrosion av kupongerna har skett i en liten omfattning, någon eller några  $\mu\text{m}$ , även efter så lång tid som tjugo år, medan motsvarande siffra för

rören är något större, ca 5 – 15  $\mu\text{m}$ . Kupongerna är i motsats till rören inbäddade i bentonit redan vid försöksinstallationen och skyddas således i högre utsträckning redan från början av lerans tätande effekt. För rören däremot, som också innefattar försökets värmekälla, drivs fukt i bentoniten inledningsvis undan från rörets omedelbara närhet [40, 41], vilket skapar förutsättningar för en snabbare materietransport längs rörväggarna än i övriga delar av systemet. Av detta skäl är röret till en början mindre skyddat än kupongerna. Vartefter mättnadsförloppet fortgår byggs dock svälltrycket i bufferten upp, alla gasfyllda hålrum fylls igen och utrymmet närmast rören tätas. Tiden för denna sekvens kan variera beroende lokala bergegenskaper. De mätningar som gjorts tyder på att tiden till full återmättnad av bufferten för LOT S2 och A3 kan ha tagit i storleksordningen från ett halvår till ett par tre år. Mättnadsförloppet har med alla sannolikhet inte heller varit homogent vilket betyder att tidpunkten till full återmättnad har varierat för olika delar av försöket beroende på exempelvis inflödespositionerna.

En särskild omständighet för just LOT-försöken, som medför en skillnad i förhållande till ett verkligt KBS-3-förvar, är att det endast är rörets nedre del som är uppvärmt med elektriska värmare. De nedre delarna av rören håller temperaturer på 80 – 120°C, medan de övre delarna håller 30 – 40°C. Det finns därför både en axiell termisk gradient längs röret som beror på rörets artificiella uppvärmning, och en radiell gradient i bentoniten som beror på temperaturskillnaden mellan röret och den kalla bergväggen. I ett verkligt KBS-3-slutförvar däremot, där kapselns restvärme alstras från riktiga bränsleelement blir värmeflödet mer jämnt fördelat i axiellt led över hela kapselytan, och den radiella gradienten blir därför helt dominerande.

SKB drar slutsatsen att en snabbare förbrukning av syre i närheten av de varmaste kopparytorna ger upphov till en transport av syre från de övre kalla delarna till de nedre varma delarna av LOT [2]. Enligt SSM:s bedömning utgör SKB:s resonemang kring detta en rimlig förklaring till de mycket mindre korrosionsangreppen för de kalla rörsektionerna i förhållande till de varma (mindre än 1  $\mu\text{m}$  eller mindre jämfört med 5 – 15  $\mu\text{m}$ ). Denna markanta skillnad finns inte för korrosionskupongerna. En förklaring till detta resultat är att förutsättningarna för gasdiffusion är mindre gynnsamma inuti bentonitblocken, och korrosion för kupongerna därför i högre omfattning styrs av mängden syre i omedelbar anslutning till kupongerna. Andra bidragande orsaker som också kan förklara skillnader i korrosionens omfattning kan dock ha förekommit, så som varierande förekomst av andra syrekonsumerande reaktioner, exempelvis oxidation av små mängder pyrit ( $\text{FeS}_2(\text{s})$ ) i MX-80 bentonit och/eller oxidation av järn(II) i tillfört grundvatten.

Sammanfattningsvis bedömer SSM att omfattningen av korrosion i försökspaketen är konsekvent med hur korrosion har hanterats i SKB:s säkerhetsanalys [29]. De mest noggranna och representativa mätningarna som avser kopparkuponger inbäddade i bentonit är små, någon eller några  $\mu\text{m}$ . De något större korrosionsangreppen på kopparrören förklaras av att dessa kopparytor initialt är mer exponerade än kupongerna fram till dess att ett svälltryck byggts upp runt kopparrören.

## 9.2.2 Korrosionsreaktioner

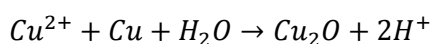
SSM konstaterar att det initiala korrosionsförloppet i LOT S2 och A3 är konsekvent med den vanliga formen av kopparkorrosion under atmosfäriska förhållanden. Svårlöslig koppar(I)oxid (kuprit) bildas på kopparytan, som överlagras av koppar(II)-faser. Så länge metallisk koppar finns kvar blir det svårlösliga skiktet av kuprit kvar närmast kopparytan. Förutsättningarna för korrosion under LOT skiljer sig dock från korrosion av kopparföremål under vanliga atmosfäriska förhållanden med tanke på förhöjda temperaturer och en kemisk miljö med förhöjda salthalter. Syret tar slut långt före kopparn, varför den initiala fasen med tillgång till syre endast har en begränsad betydelse för kapselns



långsiktiga funktion. Mer komplexa former av koppar(II)föreningar har också bildats under LOT-försöken, i huvudsak paratakamit ( $\text{Cu}_2(\text{OH})_3\text{Cl}(\text{s})$ ). Även mineralet malakit ( $\text{Cu}_2\text{CO}_3(\text{OH})_2(\text{s})$ ) har i något fall observerats som korrosionsprodukt [21]. Bildning av dessa mer komplexa mineraler kan kopplas till variationer i den grundvattenkemiska miljön, såsom pH-förhållanden, höga klorid- och karbonathalter men även avdunstning och små mängder porvatten i omättad bentonit har betydelse för att dessa mineraler ska kunna bildas. I naturen hittas denna typ av mineraler ofta i öknar och liknande miljöer där betydande avdunstning förekommer [42].

Under mätnadsförloppet för bentoniten tillförs mer vatten, syre förbrukas och redox-potentialen sjunker, vilket innebär att de mer lösliga koppar(II)faserna försvinner relativt snabbt. Detta kan ske genom upplösning som drivs av reduktion av koppar(II)joner och/eller upptag av koppar(II) i jonbytespositioner i leran. Ett sådant förlopp skulle vara konsekvent med vad som har observerats i LOT-försöken eftersom blågröna korrosionsprodukter (paratakamit) identifierades på korrosionskupongerna som togs upp från sexårsförsöket (appendix 3 i [20]), men inte på kupongerna från tjugoårsförsöket [2].

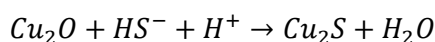
SKB föreslår att korrosion av koppar fortsätter efter att allt syre har förbrukats genom följande komproportioneringsreaktion:



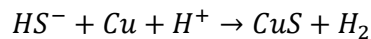
Koppar(II)jonerna desorberas från bentonitlera och når kopparytorna genom diffusion. Reaktionen förutsätter transportförhållanden som möjliggör tillräcklig höga koppar(II)halter i anslutning till kopparytor för att driva reaktionen framåt. SKB:s egna sakgranskare föreslår att uppmätt koppar i bentonit föreligger i tvåvärd form genom den brantare koncentrationsprofil som föreligger genom sorption av koppar i jonbytespositioner i leran, i förhållande till bildning av kloridkomplex ( $\text{CuCl}_2^-$ ) med envärda kopparjoner som diffunderar längre in i bentoniten. SSM anser att denna förklaring är rimlig, men konstaterar att korrosionen som en följd av denna process har liten säkerhetsbetydelse eftersom den aldrig kan bli större än den ackumulerade mängden koppar(II) som bildats när tillgängligt syre förbrukats.

Komproportioneringsreaktionen har dock en relevans ur perspektivet tolkning och detaljförståelse av experimentella resultaten i studier av typen LOT eftersom den på ett betydande sätt skjuter fram perioden då fullt reducerande förhållanden inträder. Reaktionen skulle sannolikt ge upphov till en fortsatt mycket långsam korrosion av koppar även efter att full mätnad i bentoniten har uppstått och allt syre har förbrukats. För att fördjupa sin förståelse för processens förutsättningar bör SKB överväga om tydligare belägg kan erhållas i samband med brytningen av LOT S3 exempelvis genom ytterligare analyser av i vilken form koppar förekommer bentonit.

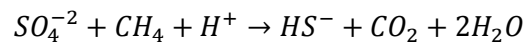
Koppar(I)oxiden kommer troligen endast kunna försvinna helt på långt mycket längre tid än det är möjligt att göra fältstudier av LOT typen. När ett tillräckligt stort utbyte med omgivande grundvatten kommit till stånd kan dock en förbrukning komma att påbörjas genom reaktion i grundvatten vid tillräckligt låga redoxpotentialer och/eller reaktion med sulfidjoner i grundvattnet [43].



Sulfider har sannolikt tillförts LOT genom långsamt grundvatteninströmning vilket har orsakat sulfidkorrosion i liten omfattning.



Sulfider kan potentiellt också bildas genom processen mikrobiell sulfatreduktion, vilket dock troligen inte har skett under LOT pga. av ogynnsamma förhållanden i kompakterad bentonit. Eftersom inte lika långtgående acceptanskriterier tillämpas för återfyllnaden som för bufferten kan dock processen möjligen äga rum i återfyllnaden av ett KBS-3 slutförvar och bildad sulfid sedan transporteras till kapseln i gasfasen så länge systemet fortfarande är omättat (avsnitt 4.10.5. i [1]).



SKB:s indirekta mätningar i samband med LOT-försöket ger enligt SSM:s bedömning rimligt starka belägg för att små mängder kopparsulfider har bildats lokalt. SSM konstaterar att bildningen kan ha skett genom någon av de två ovan angivna korrosionsreaktionerna. Det måste dock beaktas att korrosionsomfattningen av dessa reaktioner under LOT-försöken, eftersom de pågått under en, från säkerhetsanalysperspektiv, väldigt kort tid, är så liten att inga tydliga slutsatser kan dras från LOT-försöken kring hur koppar påverkas av sulfid. Dessa typer av reaktioner studeras på ett mer ändamålsenligt sätt i accelererade försök där sulfid tillsätts artificiellt för att reagera med kopparytor (t.ex. [12-14]).

En fråga som särskilt omnämndes i Mark- och miljödomstolens yttrande är i vilken omfattning väteupptag skulle kunna leda till väteförsprödning av koppar. SKB har adresserat frågan i sin komplettering till regeringen [4] men även genom mätningar i samband med LOT, där SKB har konstaterat att väteupptag endast sker i minimal omfattning, samt att det endast avser den yttersta delen av det korroderade skiktet och inte kopparmaterialet i sig. SSM anser att denna observation är konsekvent med resultat från tidigare experimentella studier som innefattar artificiella metoder att tillföra väte till koppar [4]. SSM:s externa experter konstaterade i sin granskning att SKB möjligen genom utförligare väteanalyser i kombination med tolkning av hur väte bildad vid uppskattad omfattning av korrosion under reducerande betingelser kan få ytterligare insikter rörande detta i samband med brytningen av LOT S3 [16]. SSM framhåller dock att den mest relevanta drivkraften för bildning av väte i anslutning till kapseln, samt till potentiellt efterföljande väteladdning, är sulfidkorrosion av koppar, vilket, som konstaterades ovan med fördel studeras i accelererade försök då processen i slutförvarsmiljö sker för långsamt.

SKB:s senaste undersökning utgör enligt SSM:s bedömning ett betydelsefullt bidrag till forskning kring korroderade kopparytor efter den långa, tjugoåriga, försöksperioden. Den korrosion som har kunnat observeras avser initiala förhållanden i slutförvarets utveckling som exempelvis innefattar tillgång till initialt syre, så väl som omättade buffertförhållanden. En sådan fas kan dock inte bli långsiktigt bestående i säkerhetsanalysens tidskala i ett förslutet slutförvar (i en berggrund med en stor mängd reducerande ämnen i mineralform). De mindre korrosionsangrepp av den typ som noteras under LOT kan därför inte på egen hand äventyra kapselns långsiktiga integritet som baseras på en 50 mm tjock korrosionsbarriär av koppar.

För ett KBS-3-slutförvar förväntas det att det långsiktiga fortsatta korrosionsförloppet styrs av förhållanden under mättade och kemiska reducerande förhållanden, under vilka en fortsatt korrosion förutsätter en fortgående materietransport som upprätthålls av ett grundvattenflöde i bergets spricksystem. För att korrosionen ska upprätthållas krävs också materietransport genom en mättad buffert. Dessa frågor går därför inte att dra några

slutsatser kring utan att beakta den platsspecifika informationen från Forsmarksplatsen som har tagits fram under SKB:s platsundersökningar [44]. Sådana insatser har genomförts inom ramen för SKB:s tidigare säkerhetsanalys SR-Site [29] och bedömts av SSM inom ramen för myndighetens beredning av tillståndsansökan [1].

### 9.2.3 Korroderade ytors egenskaper

Lokala ytdefekter som har noterats i samband med LOT är ungefär 10 – 20 µm djupa och som mest runt 80 µm. SKB pekar på att en betydande andel av de defekter som kan observeras sannolikt avser mekanisk påverkan snarare än korrosion, men att inga definitiva slutsatser kan dras mot bakgrund av att ingen karaktärisering gjordes av kopparytorna innan försöket påbörjades. Det kan också konstateras att defekterna överlag är jämförbara med motsvarande som har noterats i samband med de liknande undersökningarna av korroderade kopparytor som har gjorts i samband med ABM-experimentet (10-30 µm efter fem års exponering [45]) samt prototypförvaret (ca 10 µm efter ca sju års exponering [46]).

SSM bedömer att LOT-försöken inte har givit några avgörande nya insikter kring tendenserna för bildning av ojämna korrosionsangrepp på kopparytor. Orsaken är främst att som framgår ovan defektdjupen är jämförbara med andra liknande försök. En annan viktig orsak är svårigheterna att särskilja om uppkomst avser mekanisk påverkan eller korrosion, detta då defekter av samma storlek har uppkommit som följd av mekanisk påverkan vid förberedelser av prover [45].

SSM instämmer med Hicks m.fl. [16] att SKB i samband med brytningen av LOT S3 bör överväga om en mer systematisk ansats för att bedöma om defekternas frekvens och djup kan genomföras, exempelvis med avseende på korrelation med temperatur och position längs kopparröret. Möjligen kan defekternas utseende och form också ge ledtrådar kring förutsättningarna vid deras uppkomst. Det bör dock påpekas att gropfrätning eller andra former av ojämnt fördelad korrosion under den inledande oxiderande fasen mot bakgrund av exempelvis rimliga gropfrättningsfaktorer och defektstorlekar av den omfattning som observerats, inte kan påverka KBS-3-kapselns kopparhölje på ett betydande sätt med tanke på att den totala omfattningen av korrosion avser en begränsad mängd syre och att höljet har dimensionerats med beaktande av detta.

Beträffande gropfrätning i sulfidmiljö har SSM svårt att se att experiment av LOT-typ kan ge någon betydande information om denna process med tanke på de små mängder sulfider som kan nå kopparhöljet under rimliga tidsperspektiv. SKB bör trots denna slutsats överväga fortsätta undersökningen av sulfidförekomster i synnerhet i anslutning till defekter, så som föreslås av Hicks m.fl. [16], i samband med brytningen av LOT S3. Det bör också påpekas att ett betydande nytt underlag tillförts frågan om den relaterade korrosionsmekanismen mikrogalvanisk korrosion i samband med korrosionskompletteringen [4].

SSM bedömer sammanfattningsvis att SKB i samband med framtida upptag av LOT S3 och även i samband med brytandet av den återstående fasen av prototypförvaret, bör överväga att fördjupa analyser av ojämnheter och defekter på de korroderade kopparytorna genom ytterligare provtagning av exponerade kopparytor. Mätningar av väteladdning som kan uppstå till följd av korrosion med sulfid under reducerande betingelser bör övervägas även för S3. SSM håller det dock för osannolikt att resultat från brytning av LOT S3 samt i viss mån utökade analyser i förhållande till S2 och A3 annat än på marginalen skulle förändra den kunskap som finns redan idag.

#### 9.2.4 Generella slutsatser kring betydelsen av försök av typen LOT

SSM vill erinra om svårigheterna att nå detaljerade insikter kring specifika korrosionsmekanismer från tillämpade fältförsök av typen LOT, som egentligen var avsedda att på ett mera övergripande plan studera den tidiga utvecklingen av, samt individuell och ömsesidig påverkan på, slutförvarskomponenterna bentonit och koppar. SSM bedömer att det förlopp med olika perioder med skilda korrosionsprocesser som myndigheten har beskrivit ovan utgör det troligaste fallet. Att det inte definitivt går att fastställa detta beror på att försökets utformning inte medfört möjligheter att verifiera bl.a. syreförbrukning och utveckling av redoxförhållanden med specifika mätningar.

Just avsaknaden av specifika mätningar av syrets förbrukning har bland annat bildat en utgångspunkt för att fastslå att korrosionen i LOT-försöken har skett genom en särskild form av anoxisk korrosion som förutsätter att koppar reagerar med en syrgasfri vattenfas i en omfattning som vida överskrider vad som förutsägs av systemets termodynamiska data (avsnitt 9.2.5). SSM anser att denna fråga bäst undersöks genom särskilda insatser så som laboratorieförsök med betydligt mera strikt kontrollerade omgivningsbetingelser [32-33, 47-53]. Detta har SSM även har understrukit sina tidigare granskningar [1, 5].

Slutligen bör risker med att övertolka fältförsöksdata omnämnas eftersom det inte finns möjlighet att kontrollera samtliga relevanta omgivningsbetingelser i samband med försök av LOT-typen. Ett exempel är att förklaringar av små skillnader inom och mellan de olika LOT-etapperna inte kan verifieras baserat på tillgänglig information, mot bakgrund av icke kontrollerbara skillnader mellan och inom LOT-experimenten, exempelvis olika återmättnadstider och heterogena mättnadsförlopp beroende av inflödespunkternas placering. Ett annat är att syreläckage från tunneln ovan skulle kunna ha inträffat, i synnerhet under försökets omättade fas, så som andra experiment visat [35] exempelvis mot bakgrund av förekomsten av kabelgenomföringar, och att försöket bara genomförs någon eller några meter under tunnelgolvet. Något större syreläckage verkar dock inte ha ägt rum under LOT-försöken med tanke på den uppmätta korrosionens begränsade omfattning, men någon möjlighet att definitivt utesluta att ett sådant läckage har skett finns inte.

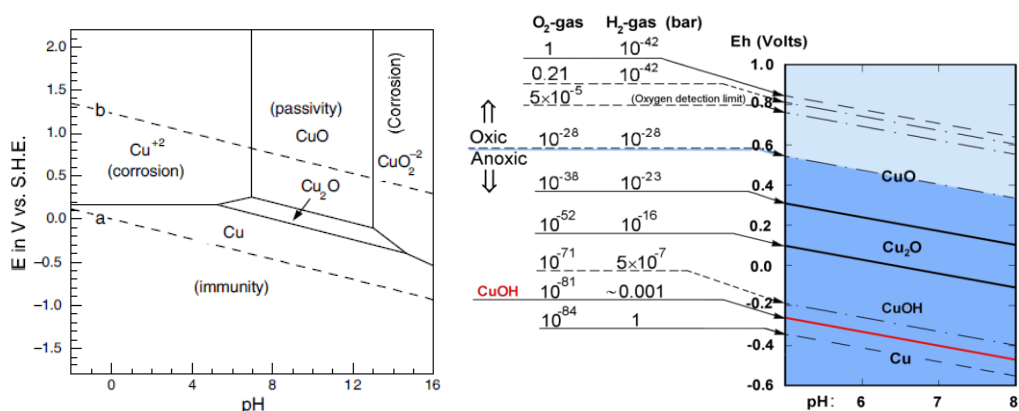
#### 9.2.5 Myndighetens beaktande av inkomna synpunkter med avseende på resultat från korrosionsdelen av LOT S2 och A3

SSM har mottagit ett stort antal synpunkter från MKG, Milkas och två korrosionsforskare vid KTH. Dessa synpunkter avser i huvudsak fyra frågeställningar: 1) huruvida korrosion under LOT-försöken har skett i anoxisk miljö genom reaktion med vattenmolekyler (snarare än i huvudsak under oxiderande förhållanden i närvaro av syre), 2) syreförbrukning genom andra reaktioner än kopparkorrosion, 3) man efterfrågar ytterligare mätningar i anslutning till LOT-försöken, 4) användning av andra kapselmaterial.

##### **Korrosion under LOT-försöken har skett i anoxisk miljö genom reaktioner med vattenmolekyler**

Korrosionsforskarna och MKG drar i sina skrivelser slutsatsen att anoxiska betingelser har uppstått så snabbt att närvaro av syre inte kan utgöra orsaken för observerad korrosion i samband med LOT. Förklaringen till att korrosion överhuvudtaget har förekommit under försöket anses vara en form av anoxisk korrosion utan närvaro av sulfider. Den egna korrosionshypotesen, som utgör grunden för att processen skulle få större betydelse i jämförelse med vedertagen termodynamik för systemet, har diskuterats och analyserats under många år. Korrosionshypotesen har bl.a. framkommit vid SSM:s remissrundor i samband med tillståndsprövningen (SSM2011-1135-25), så väl som i granskningar som korrosionsforskarna har gjort för SSM:s räkning [54, 55].

Den föreslagna alternativa hypotesen kring korrosion i syrgasfritt vatten har varit känd i mer än 30 år [54], men baseras i första hand på en experimentell mätserie som först publicerades för drygt 10 år sedan, i vilken mätningar visade på en liten men ändå mätbar vätgasutveckling för koppar i rent syrgasfritt vatten [32, 33]. För att förklara varför bildad vätgasmängd ändå är betydligt större än vad som kan motiveras baserat på känd termodynamik postuleras bildning av en i sammanhanget tidigare okänd korrosionsprodukt (CuOH(s)). Figur 3 illustrerar jämförelsen mellan den etablerade formen av termodynamik beskriven i litteraturen [57] samt den modell som förespråkas av korrosionsforskarna [55].



**Figur 3:** De båda Pourbaix-diagrammen visar dominerande faser i koppar-vattensystemet vid olika pH och redoxpotential. Pourbaix-diagrammet till vänster [57] är baserat på den vanliga förståelsen av kopparkorrosion och vedertagen termodynamik. I diagrammet till höger har den hypotetiska fasen CuOH förts in i systemet, vilken baseras på ett uppmätt partialtryck för vätgas på 1 mbar (röd linje) [55].

Under senaste årtiondet har de mest betydande insatserna gjorts och ett flertal nya studier har tagits fram för att adressera korrosionsforskarnas hypotes kring korrosion i syrgasfritt vatten [47-53]. Förutom SKB:s arbeten har processen utvärderats i såväl den finska [58] som det kanadensiska slutförvarsprogrammet [59] som också använder koppar som inkapslingsmaterial. SSM anser att dessa studier sammantaget har visat att det inte finns något skäl att ändra den etablerade konceptuella modellen för korrosion av koppar i slutförvarsmiljö. Några rimliga belegg för varför traditionell termodynamik inte kan tillämpas har enligt SSM:s bedömning inte framkommit. Om den av korrosionsforskarna föreslagna CuOH(s)-fasen verkligen hade varit avgörande i sammanhanget borde den ha varit sedan länge känd i korrosionssammanhang.

Den avgörande frågan ur SSM:s perspektiv med fokus på kopparkapselns lämpliga utformning är dock inte huruvida den omdiskuterade processen definitionsmässigt kan uteslutas eller inte, utan att tillgängliga resultat visar på en drivkraft under rimliga förvarförhållanden som är extremt liten [60, 61]. Även enligt etablerad termodynamik skulle viss korrosion ske på detta sätt, men associerade betingelser så som höga kloridhalter på molarnivå, låga pH-värden, och snabb materieöverföring är inte representativa för slutförvarsmiljön. Förväntade förhållanden i anslutning till kopparkapslarna kännetecknas av långsam materieöverföring (som en följd av bufferten och det omgivande bergets egenskaper), och en kemisk miljö som inte enbart är syrgasfri utan även kemiskt reducerande (Eh ca -200 mV) [42].

### Syreförbrukning genom andra reaktioner än kopparkorrosion

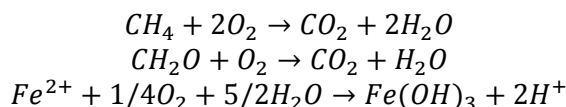
I de inkomna skrivelserna diskuteras olika typer av fältförsök som innefattar mätning av syreförbrukning (vilket inte genomfördes i samband med LOT). Argumentet, enligt



korrosionsforskarna vid KTH, är att syre konsumeras genom andra processer än korrosion, och att observerad korrosion i LOT A3 och S2 därför bara kan förklaras av anoxisk korrosion (ssm2020-5740-19). För att underbygga slutsatser kring syreförbrukning åberopas tre andra typer av försök som tidigare genomförts (ssm2020-5740-8; ssm2020-5740-19, ssm2020-5740-32): 1) SKB:s REX projekt [37], 2) FEBEX projektet i Grimsel Schweiz [35], och 3) FE experimentet i Mont Terri Schweiz [36].

SSM konstaterar att andra former av syreförbrukning finns väl dokumenterade i olika slutförvarsmiljöer, men för att utesluta att kopparkorrosion i LOT-försöket sker i oxiderande miljö så behöver dock de andra syreförbrukningsreaktionerna dels visas vara relevanta och tillämpliga för LOT, dels visas vara så pass mycket snabbare än syrekonsumtion av koppar så att de förhindrar att observerad kopparkorrosion kan förklaras av en oxiderande miljö. Förutsättningar och orsaker till syreförbrukning i ett slutförvar kan variera inom vida intervall och avsevärt skilja sig från LOT beroende på att försöken har genomförts under andra omgivningsförhållanden och med andra material.

Med hänvisning till resultat från experimentserien REX som utförts i SKB:s Äspö-laboratorium påtalas konsumtion av tillgängligt syre endast efter några få dagar (ssm2020-5740-19). REX-försöket undersökte dock förbrukning av syre i sprickor i den kristallina berggrunden [37], vilket skiljer sig väsentligt från kompakterad bentonit. REX-studien analyserade ett flertal syreförbrukande processer så som mikrobiell syreförbrukning genom oxidation av organiskt material, metanoxidation samt oorganiska kemiska reaktioner som oxidation av järn(II) från reducerande mineral i berggrunden:



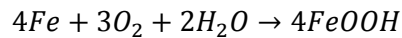
SSM konstaterar att slutsatserna som avser syreförbrukning i berggrund inte kan förväntas vara direkt tillämpliga för kompakterad bentonit som förekommer under LOT. Ett av buffertens funktionskrav som styr dess utformning är att i möjlig utsträckning begränsa mikrobiell aktivitet (figur 8.2 i [29]). Detta uppnås genom att uppfylla två kriterier, dels ska kompakteringsgraden för block vara tillräckligt hög, dels ska smektithalten i leran vara tillräckligt hög, som exempelvis för MX-80 i LOT. Experimentella studier kring mikrobiell aktivitet i bentonit har genomförts under lång tid bl.a. genom att tillföra laktat. Dock har mikrobiell aktivitet främst avsett sulfatreduktion [62, 63]. I ett inledande skede hämmas mikrobiell tillväxt av låg vattenaktivitet, samt av att tillgången på näringsämnen och organiskt material är diffusionsstyrd, och genom att små mängder organiskt material i leran är svårslöslig. Efter vattenupptag tillkommer förekomst av höga svälltryck och små porutrymmen. Definitiva slutsatser från monitoringsmätningar i samband med LOT är en längre mättnadsfas för bentonit och att en gasfas därför har funnits i leran under en längre tid [17]. Mot bakgrund av dessa förutsättningar bedömer SSM att de korta tider för utarmning av tillgängligt syre som omnämns förefaller osannolika, även om syre i viss utsträckning kan ha förbrukats på detta sätt. Det finns dock som tidigare nämnts inga LOT mätningar som skulle utgöra definitiva bevis för tidsintervallet för syreförbrukning och oxiderande förhållanden.

Beträffande FEBEX- och FE-experimenten så bör det påpekas att försöken har en helt annan storlek, en annan utformning, annorlunda berggrund och ingenjörsmaterial jämfört med LOT. En avgörande faktor är exempelvis att båda försöken innefattar centralt placerade upphettade stålkaplar som förbrukar syre genom korrosion.

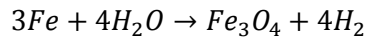
FEBEX-försöket har liksom LOT S2 och A3 demonterats och analyserats. Mikrobiell syreförbrukning har sannolikt förekommit, men demontering av försöken visade



framförallt på en betydande aerob (syreförbrukande) korrosion av kolstål genom bildning av mineralerna järn(III)hydroxid ( $\text{Fe}(\text{OH})_3$ ), goethit ( $\alpha\text{-FeOOH}$ ) och lepidocrocit ( $\gamma\text{-FeO}(\text{OH})$ ):



Denna form av syreförbrukning kan inte ha förekommit under LOT med tanke på avsaknad av järn/stål. Korrosion av kolstål sker också under anaeroba förhållanden utan tillgång till syre under vätgasbildning:



Förekomst av magnetit ( $\text{Fe}_3\text{O}_4$ ) fanns också med bland de korrosionsprodukter som identifierats, så ovanstående reaktion har också förekommit i regioner och tidsperioder då syre inte funnits tillgänglig. Syreförbrukande korrosion i oxiderande miljö innan dess kan dock påvisas genom de stora mängder järn(III)mineraler som har bildats. Enkla massbalansberäkning baserade på mängden korrosionsprodukter av denna typ antyder att cirka tio gånger ursprunglig mängd syre har tillförts utifrån under försökets gång [35].

Beträffande det fortfarande pågående FE-försöket finns en hel del data, så som resultat från gasinstrumentering med syrehaltmätare. Mätning av syrehalter visar på minskningar från atmosfärisk nivå till nära noll inom loppet av några månader till ett halvår [36]. De syreförbrukningsprocesser som diskuteras i samband med FE är korrosion av stål, mikrobiella processer, pyritoxidation, samt gasadsorption på mineralytor i bentonit. MKG menar att sorption av syre på leran kan ge upphov till en syrefri luftspalt. SSM konstaterar dock att en reversibel sorption av syre på mineralytor inte ger upphov till anoxiska förhållanden. Om anoxiska förhållanden ska kunna uppstå behöver syre också konsumeras genom en kemisk reaktion. I annat fall skulle sorberat syre endast fördela sig mellan gas- och vätskefasen i enlighet med sorptionsisotermen, och vara fortsatt tillgängligt för korrosion.

#### **Ytterligare mätningar i anslutning till LOT-försöken**

MKG anser att SSM ska begära att ytterligare mätningar på nya områden på kopparrören ska genomföras, liksom mätning av syreförbrukning i nya LOT-faser, samt efterfråga mer information från SKB för att i synnerhet kunna rekonstruera det detaljerade förloppet under den första tiden innan värmarna vid LOT var påslagna.

SSM instämmer med MKG att provtagning på de varmaste delarna av kopparrören möjligen hade kunnat tillföra något mer information, t.ex. med avseende på om defektfördelning påverkas av temperatur. Beträffande genomsnittliga korrosionsdjup, finns analyserna av kopparhalten i den omgivande leran (figur 3-33, 3-34 i [2]), som ger en uppskattning av korrosionsdjup även för de varmaste delarna av kopparrören (figur 4-1 i [2]). Figureerna G9 och framåt i [2] indikerar en ungefärlig omfattning av mängden korrosionsprodukter på de korroderade kopparytorna genom analyserna av kopparhalt i det skikt av leran som ligger närmast kopparn. Ett annat sätt att utvärdera om mängden koppar i leran ger ett mått på korrosionens omfattning är jämförelsen mellan analyser av koppar i bentonit i anslutning till korrosionskuponger och kopparförlust bestämd genom viktminskningsmätningar av kupongerna (avsnitt 3.5.1 i [2]). SSM anser att denna information sammantaget ger ett godtagbart underlag för bestämningen av korrosionens totala omfattning för S2 och A3.

SSM tror inte att MKG:s förslag att konstruera och driva helt nya LOT-försök enbart för att bl.a. bättre förstå syreförbrukning skulle kunna ge någon ny avgörande information.

Samma slutsats drar SSM rörande MKG:s förslag att mer i detalj rekonstruera den första tiden i samband med LOT-försökens uppstart. Visserligen skulle nya LOT-etapper kunna utrustas med syre- och redoxmätning. Den komplexa fältsituationen gör dock att denna typ av försök inte är bäst lämpade för att ge svar med avseende på en specifik process, dvs. i det här fallet mikrobiell syreförbrukning, och/eller anoxisk korrosion i enlighet med de två korrosionsforskarnas hypotes. Fältförsök av typen LOT innefattar exempelvis troliga heterogena förhållanden under en längre period, ett återmättnadsförlopp som inte helt går att kontrollera, samt risken för ett långsamt inläckage av syre från tunneln under nästan syrefria förhållanden. SSM menar därför att laboratorieförsök som genomförs under mer väldefinierade och homogena betingelser är bättre lämpade för ändamålet. Fältförsöken har dock en betydelse för att bekräfta förståelse av det samverkande systemet, men då behöver resultaten tolkas på ett mer övergripande plan, och utifrån ett systemperspektiv.

#### **Användning av andra kapselmaterial**

Milkas anser att andra kapselmaterial behöver användas så som titan, tantal-legeringar eller tennlegerad koppar. SSM utesluter inte att också andra inkapslingsmaterial kan visas ha lämpliga egenskaper från korrosionssynpunkt. Korrosionsaspekten är dock bara en av flera som behöver beaktas. Av mycket stor betydelse är också att kapselmaterialet har lämpliga mekaniska egenskaper vid beaktande av de lastsituationer som kan förekomma i slutförvarsmiljön. Kapseln måste också med mycket hög tillförlitlighet kunna tillverkas, förslutas, transporteras, och inplaceras i slutförvaret. Det måste också finnas oförstörande provningsmetoder tillgängliga för att verifiera avsaknad av skadliga defekter. Det är inget som hindrar att andra kapselmaterial också skulle kunna visas vara lämpliga även ur dessa perspektiv, men stora insatser skulle krävas under lång tid för att ta fram den nödvändiga redovisningen.

## **10 Sammanfattande slutsatser**

SSM:s slutsatser från denna granskning omfattar tre huvudsakliga frågor: 1) SSM:s bedömning av SKB:s projektstyrning och kvalitetssäkring under LOT-försöken, 2) ett ställningstagande till om granskningen av LOT S2 och A3 har förändrat SSM:s tidigare bedömningar kring kopparkorrosion, 3) beaktande av de omfattande synpunkter som framförts av MKG, Milkas och två korrosionsforskare vid KTH.

SSM bedömer att SKB:s dokumentation kring S2- och A3-upptagets planering och genomförande är tillfredställande. Beaktande av erfarenheter från de tidigare upptagen av LOT A0, A1, S1 och A2 har bidragit till att SKB kunnat genomföra alla moment på ett kontrollerat och kvalitetssäkrat sätt. Generella rutiner kring underjordsarbeten vid Äspölaboratoriet, kemiska analyser, sakgranskning och datahantering bedöms vidare vara väldokumenterade och ändamålsenliga. Användandet av en tydlig projektstyrningsmodell har varit ett hjälpmedel för att kontrollera arbetets fortskridande och minska risken för missöden under arbetet gång.

Analyser av korroderade kopparytor har inte gjorts av SKB utan av RISE:s korrosionsavdelning i samarbete med Swerim i Kista utanför Stockholm. SSM bedömer att dessa företag har stor erfarenhet av genomförande av liknande analyser, en bred expertkompetens och en hög trovärdighet. Den personal som utfört analyserna är också en del i en större organisation med stort fokus på kvalitetsfrågor. Resultaten från analyser av korrosionens omfattning, korrosionsprodukternas sammansättning, och korroderade ytor är väldokumenterade och har en större omfattning och detaljeringsgrad än de som genomfördes efter upptagen av de tidigare LOT-faserna.

SSM konstaterar att den analyserade omfattningen av korrosion på från någon  $\mu\text{m}$  till tiotalet  $\mu\text{m}$  är som förväntad respektive konsekvent med tidigare resultat från LOT och som SSM tidigare har beaktat i samband med tillståndsprovningen. Att korrosionsomfattningen som har observerats i S2 och A3 är likvärdig med den som uppmätts i tidigare LOT-faser, trots den betydligt längre exponeringstiden på tjugo år för de aktuella försökspaketen jämfört med sex år respektive drygt ett år för de tidigare paketen, tyder på att korrosionen till största delen har skett under den första tiden efter att experimentet installerades. Detta förlopp har tidigare beskrivits av SKB i underlag som togs fram innan respektive under tillståndsprovningen av SKB:s ansökan.

Den tidiga korrosionen förklaras med initialt förekommande syre och omättade förhållanden i bentonitmaterialet. Efter att bentonitens svälltryck fullt utvecklats och syret har konsumerats inträder en fas med långsamma kemiska processer. De korrosionsprodukter som har identifierats är främst koppar(I)oxiden kuprit och sannolikt små mängder kopparsulfider. Detta resultat är konsekvent med den förväntade kemiska utvecklingen under försöket. Den initialt förekommande korrosionen som förekommer i samband med LOT-försöken och andra liknande försök har liten omfattning och är därför ingen avgörande faktor vid dimensioneringen av kopparhöljets tjocklek.

De faktorer som långsiktigt styr korrosionens omfattning är starkt kopplade till förekomst och omfattningen av grundvattenströmning i direkt anslutning till de deponeringshål i vilka kopparkapslarna ska placeras, samt till de geokemiska förhållanden som råder på förvarsdjup. En analys av om kopparhöljets dimensionering är lämplig kan därför inte göras utan att beakta platsundersökningsdata avseende förekomst av vattenförande sprickor och grundvattenkemisk sammansättning på Forsmarksplatsen.

SSM har tagit del av ett stort antal synpunkter och detaljerade observationer kring LOT-försöken och andra experiment från framförallt MKG, men även Milkas och två korrosionsforskare vid KTH. Synpunkterna har fokuserats på hypotesen att kvarvarande syre förbrukas snabbt av andra reaktioner förutom korrosion och att korrosion av koppar i oxiderande kemisk miljö därför inte kan ha förekommit. Den korrosionsform som de bedömer har inträffat är snarare en form av anoxisk korrosion (i syrgasfri miljö utan bidrag från sulfidkorrosion). SSM konstaterar att LOT-försöken inte har utformats på ett sådant sätt att man vare sig kan bekräfta eller helt utesluta denna korrosionsform. Man behöver därför beakta all annan forskning som gjorts under det senaste årtiondet för att adressera hypotesen anoxisk korrosion. SSM anser baserat på denna information att korrosionsformen kan förväntas ha en liten betydelse i slutförvarssammanhang, vilket även framgick av SSM yttrande avseende SKB:s komplettering till regeringen om kapsel frågor [5]. Syreförbrukningsprocesser som studerats under andra typer av fältförsök är inte nödväntningsvis tillämpbara eller representativa för LOT, och denna information har därför ett begränsat värde för att förstå hur länge den oxiderande fasen varade under LOT-försöken.

SSM:s ovanstående granskningsresultat har tagits fram av en granskningsgrupp på slutförvarsenheten genom granskning av SKB:s rapporter från LOT-upptagen [2, 17] samt ett stort antal SKB-dokument som finns listade i bilaga 1. Granskningen har också baserats på tre granskningsmöten med SKB (bilaga 2) och ett studiebesök hos SKB:s externa leverantörer RISE/Swerim (bilaga 3). Granskningsmötena med SKB genomfördes tillsammans med Galson Sciences Ltd. Galson Sciences Ltd har senare också tagit fram en egen granskningsrapport [16] som SSM har nyttjat som underlag i detta arbete. Ett uppstartsmöte genomfördes också med SKB inledningsvis, liksom ett möte med MKG och två korrosionsforskare vid KTH i syfte att ge dem möjlighet att lämna synpunkter för SSM att beakta i granskningen, vilket myndigheten har gjort. SSM har som underlag för



granskningen tagit emot fyra skrivelser från MKG, en från Milkas och två från korrosionsforskarna.



## Referenser

- [1] SSM (2018). *Strålsäkerhet efter slutförvarets förslutning. Beredning inför regeringens prövning. Slutförvaring av använt kärnbränsle*. SSM Rapport 2018:07, Strålsäkerhetsmyndigheten, 2018-01.
- [2] SKB TR-20-14, Johansson A.J., Svensson D., Gordon A., Pahverk H., Karlsson O., Brask J., Lundholm M., Malmström D., Gustavsson F., *Corrosion of copper after 20 years exposure in the bentonite field tests LOT S2 and A3*, Svensk Kärnbränslehantering AB.
- [3] Mark- och miljödomstolen, Nacka Tingsrätt, Yttrande Mål nr M 1333-11, Aktbilaga 842, 2018-01-23.
- [4] SKB TR-19-15. *Supplementary information on canister integrity issues*. Svensk Kärnbränslehantering AB, 2019-03.
- [5] SSM (2019). *SSM:s granskning av SKB:s komplettering till regeringen om kapselintegritet*. Granskningsrapport, dokumentnummer SSM2019-3168-9, Strålsäkerhetsmyndigheten, 2019-09-30.
- [6] SSM (2018). Yttrande över ansökningar om tillstånd till anläggningar för slutligt omhändertagande av använt kärnbränsle. Dokumentnr: SSM2011-1135-23, Strålsäkerhetsmyndigheten.
- [7] Baldwin T.D., Hicks T. (2012). *Documentation and Traceability of Data in SKB's Safety Assessment SR-Site: Initial Review Phase*, SSM Technical Note 2012:36, Swedish Radiation Safety Authority.
- [8] Hicks T.W., Baldwin T.D. (2012). *Review of FEP Handling in the SR-Site Safety Assessment: Initial Review Phase*, SSM Technical Note 2012:34. Swedish Radiation Safety Authority.
- [9] Hicks, T.W. (2007) *Review of Quality Assurance in SKB's Repository Research Experiments*, SKI Report 2007:11. Swedish Radiation Safety Authority.
- [10] Baldwin T.D., Hicks T.W. (2010). *Quality Assurance Review of SKB's Copper Corrosion Experiments*, SSM Research Report 2010:17. Swedish Radiation Safety Authority.
- [11] Hicks T.W (2015), *Quality Assurance in SKB's Copper Corrosion Experiments*, SSM Research Report 2015:29. Swedish Radiation Safety Authority.
- [12] Chen J., Qin Z., Martino T., Shoesmith D. W. (2017). *Effect of chloride on Cu corrosion in anaerobic sulphide solutions*. Corrosion Engineering, Science and Technology 52, 40–44.
- [13] Chen J., Qin Z., Martino T., Shoesmith D. W. (2017). *Non-uniform film growth and micro/macrogalvanic corrosion of copper in aqueous sulphide solutions containing chloride*. Corrosion Science 114, 72–78.



- [14] Chen J., Qin Z., Martino T., Guo M., Shoesmith D. W. (2018). *Copper transport and sulphide sequestration during copper corrosion in anaerobic aqueous sulphide solutions*. Corrosion Science 131, 245–251.
- [15] SKB TR-19-12. Padovani C., Pletser D., Jurkschat K., Armstrong D., Dugdale S., Brunt D., Faulkner R., Was G., Johansson A. J., *Assessment of microstructural changes in copper due to gamma radiation damage*. Svensk Kärnbränslehantering AB.
- [16] Hicks T.W., Baldwin T.D., Scully J.R. (2021). *Quality Assurance Review of the Swedish Nuclear Fuel and Waste Management Company's LOT experiment (Phase S2 and A3) at the Äspö Facility in Sweden*. Technical Note (draft version), SSM registration 2020-3872. Swedish Radiation Safety Authority.
- [17] SKB TR-20-11, Sandén T., Nilsson U., *Installation, monitoring, dismantling and initial analyses of material from LOT test parcel S2 and A3*. Svensk Kärnbränslehantering AB.
- [18] SKB, 2004, *Experiments at the Äspö Hard Rock Laboratory*, Svensk Kärnbränslehantering AB.  
[https://inis.iaea.org/collection/NCLCollectionStore/\\_Public/36/056/36056242.pdf](https://inis.iaea.org/collection/NCLCollectionStore/_Public/36/056/36056242.pdf)
- [19] SKB IPR-99-01, Karnland O., *Long-term test of buffer material, Test plan, Äspö Hard Rock Laboratory*, International Progress report, Svensk Kärnbränslehantering AB.
- [20] SKB TR-09-29. Karnland O., Olsson S., Dueck A., Birgersson M., Ulf Nilsson, Hernan-Håkansson T. Pedersen K., Nilsson S., Eriksen T. E., Rosborg B., *Long term test of buffer material at the Äspö Hard Rock Laboratory, LOT project. Final report on the A2 test parcel*. Svensk Kärnbränslehantering AB.
- [21] SKB TR-00-22. Karnland O., Sandén T., Johannesson L.E., Eriksen T.E., Jansson M., Wold S., Pedersen K., Motamedi, M., Rosborg B., *Long term test of buffer material, Final report on the pilot parcels*. Svensk Kärnbränslehantering AB.
- [22] SKB-09-31. Karnland O., Olsson S., Sandén T., Fälth B., Jansson M., Eriksen T.E., Svärdström K., Rosborg B., *Long term test of buffer material at the Äspö HRL, LOT project Final report on the A0 test parcel*. Svensk Kärnbränslehantering AB.
- [23] SKB TR-13-17. Wersin P., *LOT A2 test parcel Compilation of copper data in the LOT A2 test parcel*. Svensk Kärnbränslehantering AB.
- [24] SKB TR-12-04. Åkesson M., *Temperature buffer test. Final report*. Svensk Kärnbränslehantering AB.
- [25] Cuss R., Harrington J.F., Noy D.J., Wikman A. (2011). *Large scale gas injection test (Lasgit): Results from two gas injection tests*, Physics and Chemistry of the Earth Parts A/B/C 36(17).
- [26] SKB TR-13-22, Svemar C., Johannesson L.E., Graham P., Svensson D., Kristersson O., Lönnqvist M., Nilsson U., *Prototype Repository Opening and retrieval of outer section of Prototype Repository at Äspö Hard Rock Laboratory, Summary report*, Svensk Kärnbränslehantering AB.
- [27] SKB TR-09-20, Smart N.R., Rance A.P., *Miniature canister corrosion experiment results of operations to May 2008*, Svensk Kärnbränslehantering AB.



- [28] Taxén, C. (2003). *Atmospheric Corrosion of Copper 450 Metres Underground. Results From Three Years Exposure in the Äspö HRL*. MRS Online Proceedings Library 807, 612–617.
- [29] SKB TR-11-01 (Art818). *Redovisning av säkerhet efter förslutning av slutförvaret för använt kärnbränsle. Huvudrapport från projekt SR-Site*. Svensk Kärnbränslehantering AB, Uppdaterad 2012-12.
- [30] SKB TR-10-66, *Corrosion calculations report for the safety assessment SR-Site*, Svensk Kärnbränslehantering AB.
- [31] SKB TR-10-67. King F., Lilja C., Pedersen K., Pitkänen P., Vähänen M., *An update of the state-of-the-art report on the corrosion of copper under expected conditions in a deep geologic repository*. Svensk Kärnbränslehantering AB.
- [32] Hultquist G., Graham M.J., Kodra O., Moisa S., Liu R., Bexell U., Smialek J.L. (2015) *Corrosion of copper in distilled water without O<sub>2</sub> and the detection of produced hydrogen*, Corrosion Science, Volume 95, June 2015, Pages 162-167.
- [33] Szakálos P., Hultquist G., Wikmark G. (2007). *Corrosion of Copper by Water*. Electrochemical and Solid-State Letters, 10 (11) C63–C67.
- [34] Litke C. D., Ryan S. R., King F. (1992). *A mechanistic study of the uniform corrosion of copper in compacted clay- sand soil*. Report AECL- 10397, COG- 91- 304, Atomic Energy of Canada Limited, Canada.
- [35] Wersin P., Kober F. (eds.) (2017). *Metal Corrosion and Iron-Bentonite Interaction Studies*. Nagra Arbeitsbericht NAB 16-16, Nagra, Switzerland.
- [36] Girouda N., Tomonaga Y., Wersin P., Briggs S., King F., Vogt T., Diomidis N. (2018), *On the fate of oxygen in a spent fuel emplacement drift in Opalinus Clay*, Applied Geochemistry 97, 270–278.
- [37] SKB TR-01-05 Puigdomenech I., Ambrosi J.P., Eisenlohr L., Lartigue J.E., Banwart S.A., Bateman K., Milodowski A.E., West, J.M., Griffault, L., Gustafsson, E., Hama, K., Yoshida, H., Kotelnikova, S., Pedersen K., Michaud V., Trotignon L., Rivas Perez J., Becker R., Hermansson H.P., *O<sub>2</sub> depletion in granitic media. The REX project*, Svensk Kärnbränslehantering AB.
- [38] Apted M., (2014) *Review of Performance Confirmation Programs and Potential Roles in SSM's Current Review of SKB's License Application*, SSM Technical Note 2014:40, Strålsäkerhetsmyndigheten.
- [39] SKBF, Kärnbränslecykelns slutsteg, Använt kärnbränsle – KBS-3, III Barriärer, Svensk kärnbränsleförsörjning AB.
- [40] Rutqvist J., Tsang C.F. (2008), *Review of SKB's Work on Coupled THM Processes Within SR-Can: External review contribution in support of SKI's and SSI's review of SR-Can*, SKI Report 2008:08, Swedish Nuclear Power Inspectorate.
- [41] SKB P-17-14. Baxster S., Holton D., Hoch A. *Modelling bentonite resaturation in the Bentonite Rock Interaction Experiment (BRIE)*. Svensk Kärnbränslehantering AB.





- [42] Reich M., Palacios C., Parada M.A., Fehn U, Cameron E.M., Leybourne M.I., Zúñiga A. (2008). *Atacamite formation by deep saline waters in copper deposits from the Atacama Desert, Chile: evidence from fluid inclusions, groundwater geochemistry, TEM, and <sup>36</sup>Cl data*, *Miner Deposita* 43:663–675.
- [43] Stenlid J. H., Johansson A. J., Leygraf C., Brinck T. (2017). *Computational analysis of the early stage of cuprous oxide sulphidation: a top-down process*. *Corrosion Engineering, Science and Technology*, 52, 50–53.
- [44] SKB TR-08-05. *Site description of Forsmark at completion of the site investigation phase. SDM-Site Forsmark*. Svensk Kärnbränslehantering AB.
- [45] SKB TR-18-17. Gordon A., Pahverk H., Börjesson E., Johansson A.J. *Examination of copper corrosion specimens from ABM 45, package 5*. Svensk Kärnbränslehantering AB.
- [46] SKB P-13-50, Taxén C., *Ytprofiler på kopparkapslar från deponeringshål 5 och 6 i försöksserien Prototyp*, Svensk Kärnbränslehantering AB.
- [47] Ottosson M., Boman M., Berastegui P., Andersson Y., Hahlin M., Korvela M., Rerger R. (2017). *Copper in ultrapure water, a scientific issue under debate*. *Corrosion Science* 122, 53–60.
- [48] Hedin A., Johansson A. J., Lilja C., Boman M., Berastegui P., Berger R., Ottosson M. (2018). *Corrosion of copper in pure O<sub>2</sub>-free water?* *Corrosion Science* 137, 1–12.
- [49] Senior N. A., Newman R. C., Artymowicz D., Binns W. J., Keech P. G., Hall D. S. (2019). *Communication – A method to measure extremely low corrosion rates of copper metal in anoxic aqueous media*. *Journal of the Electrochemical Society* 166, C3015–C3017.
- [50] Ollila K. (2019). *Copper corrosion experiments in pure water under anoxic conditions*. Posiva Working Report 2018-19, Posiva Oy, Finland.
- [51] Becker R., Hermansson H.P. (2011), *Evolution of hydrogen by copper in ultrapure water without dissolved oxygen*. SSM Report 2011:34, Swedish Radiation Safety Authority.
- [52] Hultquist G., Graham M. J., Szakálos P., Sproule G. I., Rosengren A., Gråsjö L. (2011). *Hydrogen gas production during corrosion of copper by water*. *Corrosion Science* 53, 310–319.
- [53] Korzhavyi P. A., Soroka I. L., Isaev E. I., Lilja C., Johansson B. (2012). *Exploring monovalent copper compounds with oxygen and hydrogen*. *PNAS* 109, 686–689.
- [54] Szakálos P., Seetharaman S. (2012) *Corrosion of copper canister*, Technical Note Report number: 2012:17, Strålsäkerhetsmyndigheten.
- [55] Szakálos P., Leygraf C. (2019). *Review Assignment for the Swedish Radiation Safety Authority: Corrosion of Copper Canister*, In: SSM's external experts' reviews of SKB's report on supplementary information on canister integrity issues, Technical Note 2019:22, Strålsäkerhetsmyndigheten.
- [56] Hultquist G. (1986). *Hydrogen evolution in corrosion of copper*. *Corrosion Science* 26, 173–176.



[57] McCafferty E. (2009) *Thermodynamics of Corrosion: Pourbaix diagrams.*, chapter 6, In *Introduction to Corrosion Science*, Springer Science.

[58] Salonen T., Lamminmäki T., King F., Pastina B. (2021). *Status report of the Finnish spent fuel geologic repository programme and ongoing corrosion studies.* *Materials and Corrosion.* 2021; 72:14–24.

[59] Keech P.G., Behazin M., Binns W.J., Briggs S. (2021). *An update on the copper corrosion program for the long- term management of used nuclear fuel in Canada.* *Materials and Corrosion.* 2021; 72: 25–31.

[60] Macdonald D. D., Sharifi-Asl S. (2011). *Is Copper Immune to Corrosion When in Contact With Water and Aqueous Solutions?* SSM Report 2011:09, Swedish Radiation Safety Authority.

[61] Hedin A., Lilja C., Johansson A. J. (2017). *Copper corrosion in pure water – scientific and post-closure safety aspects.* Proceedings of the 16th International High-Level Radioactive Waste Management Conference, Charlotte, NC, 9 – 13 April 2017. American Nuclear Society.

[62] Pedersen K. (2010). *Analysis of copper corrosion in compacted bentonite clay as a function of clay density and growth conditions for sulfate-reducing bacteria.* *Journal of Applied Microbiology* 108, 1094–1104.

[63] SKB TR-20-08. Svensson D., Kalinowski B., Turner S., Dopson M. *Activity of sulphate reducing bacteria in bentonite as a function of water availability*, Svensk Kärnbränslehantering AB.

## Bilagor

1. SKB interna dokument – Instruktioner/styrande dokument m.m.
2. Minnesanteckningar möten SKB, SSM och Galson Sciences Ltd
3. Minnesanteckningar SSM:s besök vid RISE/Swerim



## Bilaga 1: SKB interna dokument – Instruktioner/styrande dokument m.m.

### a) Inkomna dokument som beaktas i granskningen

Ref.1	SKB 1039253 Inkommen	SKB Projektstyrmodell
Ref.2	BI13-G Inkommen	Vattenfall Project Management Model
Ref.3	SKB 1188518 Inkommen	Riktlinje för informationshantering
Ref.4	SKB 1884651 Inkommen	Principer för informationshantering
Ref.5	SKB 160928 Inkommen	Processbeskrivning LP2 Utvärdera och utveckla verksamheten
Ref.6	SKB 1700154 Inkommen	Rapportera och hantera observationer och erfarenheter
Ref.7	SKB 1174832 Inkommen	SDK-001 Quality plan for the Spent Fuel Project
Ref.8	SKB 1053624 Inkommen	Hantering av aktiviteter vid Äspölaboratoriet
Ref.9	SKB 1863807 Inkommen	Friborring och upptag av LOT S2 och A3
Ref.10	SKB 1866317 Inkommen	Grovdelning och paketering av material. LOT paket S2 och A3
Ref.11	SKB 1419904 Inkommen	Underhåll av Äspölaboratoriet
Ref.12	SKB 1255926 Inkommen	Samordningen av arbetsmiljö vid anläggningen Äspölaboratoriet
Ref.13	SKB 1702838 Inkommen	Project charter för KBP1019
Ref.14	SKB 1702938 Inkommen	Brytning och Utvärdering av LOT Project Initiation Note (PIN) för KBP1019 Brytning och utvärdering av LOT
Ref.15	SKB 1860815 Inkommen	Project Management Plan (PMP) för KBP1019 Brytning och utvärdering av LOT S2 och A3
Ref.16	SKB 1859797 Inkommen	KBP1019 Brytning av LOT arbetspaket WP1 Brytning
Ref.17	SKB 1860852 Inkommen	KBP1019 Brytning av LOT, arbetspaket Koppar plan
Ref.18	SKB 1481721 Inkommen	Metodbeskrivning kemanalys bentonitlera med x röntgenfluorescensspektroskopi, XRF
Ref.19	SKB1431662 Inkommen	Bestämning av skrym- och torrdensitet för bentonitlera
Ref.20	SKB 1202022 Inkommen	Datahantering primärdata
Ref.21	SKB 1050857 Inkommen	Sakgranskning
Ref.22	SKB 1394728 Inkommen	Checklista – Granskning och kvalitetskontroll av publika rapporter inom RS
Ref.23	SKB 1895707 Inkommen	TR-20-14 Review instructions
Ref.24	SKB 1895742 Inkommen	Factual review of TR-20-14 Fraser King
Ref.25	SKB 1895741 Inkommen	Factual review of TR-20-14 Paul Wersin



Ref.26	SKB 1900949 Inkommen	Factual review of TR-20-14 Torbjörn Sandén
Ref.27	SKB 1056110 Inkommen	Inköpsinstruktion
Ref.28	SKB 1053152 Inkommen	Dataleverans till respektive från Sicada och SKBGIS
Ref.29	SKB MA024 Inkommen	Excelmall Sicada dataimport

#### b) Inkomna men ej refererade dokument

SKB 1188895 Inkommen	Följa upp verksamheten och utvärdera ledningssystemet genom FLG
SKB 1063679 Inkommen	Vågar, termometrar och Milli-Q-anläggningen

Samtliga inkomna dokument diarieförda i SSM:s ärende SSM2020-5740

#### c) Övriga interna dokument (ej utlämnade dokument)

SKB 1860884	Kommunikationsplan KBP1019
SKB 1859185	Risklista KBP1019 LOT
SKB 22932	Analys av korrosionsprover från fältförsök(LOT), Rise Kimab AB
SKB 23867	FIB och TEM på kopparprover Swerim AB
SKB 1610897	Swerea KIMAB AB, 2017, Audit report
SKB 1867543	Styrgruppsmöte TG3 för KBP1019 Brytning av LOT
SKB 1867780	TG3 Besluts-PM för KBP1019 Brytning av LOT

SSM har översiktligt granskat dessa dokument på plats vid ett studiebesök på RISE/Swerim.

SKB har till SSM framfört följande motiv till varför ovanstående dokument inte kan lämnas ut och offentliggöras:

- De två första dokumenten avser SKB:s interna strategi för hantering av projektrisker och kommunikation.
- De två nästföljande dokumenten avser SKB:s beställningar till den externa leverantören RISE/Swerim som innehåller konkurrenskänslig information.
- Det femte dokumentet innehåller konkurrenskänslig information som avser SKB:s bedömning av en extern part (RISE/Swerim)
- De två sista dokumenten avser SKB:s interna beslutsprocesser och innehåller information om kostnader och interna riskbedömningar.



## Bilaga 2: Minnesanteckningar möten SKB, SSM och Galson Sciences Ltd



Document ID  
1918443, (1.0 Approved)  
Reg no

Security class  
Public  
Document type  
Notes  
Author  
2020-11-05 Lotta Rubio Lind

Page  
1(11)

### Notes; Quality assurance - LOT meeting 1

Date: November 5<sup>th</sup>, 2020

Participants: *Galson Sciences Ltd*, Tim Hicks, Tamara Baldwin  
*SSM*, Bo Strömberg, Henrik Öberg, Jinsong Liu  
*SKB*, Johannes Johansson, Magnus Kronberg, Magnus Westerlind, Lotta Rubio Lind

The meeting was held virtually using Skype.

SSM provided questions before the meeting which SKB gave written answers to and presented during the meeting. The questions and answers are all documented below. After each issue, the discussion that followed is summarized.

SKB was responsible for taking notes at the meeting. The notes were sent to SSM and SSM distributed the notes to Galson Sciences for a factual control before the notes were approved in SKB's document system.

Galson Sciences gave SKB two follow-up questions in their comments regarding the factual control of the notes which were not discussed during the meeting. The questions and answers are documented in question 16 and 17.

This meeting was the first in a sequence of three and the focus at the meeting was:

- (i) *Management system & project management (2020-11-05)*
- (ii) *Retrieval, sampling, handling of samples & analysis (2020-11-13)*
- (iii) *Interpretation of results (2020-11-27)*

### Management system and project management

#### 1. Long term Management LOT

If retrieval and analysis of S2 and A3 is managed via a dedicated project, how has the LOT project as a whole been managed (i.e. through conception, set-up and long-term running of LOT)?

SKB's reply/comment: Test plans were written in the late 1990s. Installation and dismantling activities have been carried out in the project form. Monitoring and data deliveries to SICADA was managed by Clay Technology AB up to 2012, after which the experiment was transferred to SKB's (Åspö HRL) administration and included in yearly activity plans.

Discussion: It was discussed at the meeting if the original expectations for the LOT experiment are still valid after 20 years. SKB clarified after the meeting that in the report SKB IPR-99-01, on page 23 under the headline Expected outcome 4.3, it is expected that the LOT series will give:

- Quantitative information about the mean corrosion rate.
- Qualitative information about pitting corrosion and corrosion products.

Both these types of data have been reported in for example SKB TR-09-29 and SKB TR-20-14.



Document ID  
1918443, (1.0 Approved)

Security class  
Public

Page  
2(11)

Notes; Quality assurance - LOT meeting 1

On page 13 under the headline General 4.1, it is stated that the mean corrosion rate is expected to be less than  $7 \mu\text{m/y}$ , a hypothesis that has been confirmed several times (TR-09-29, TR-20-14).

Under the headline Copper corrosion tests on page 21, it is written that the mean corrosion rate will be determined with gravimetric methods, and that corrosion products will be analysed with SEM-EDS and XRD. This is also how the corrosion analysis has been done after retrieval of the test parcels.

LOT is set up stepwise and each dismantling is managed as a separate project with the client assessing previous steps when a new dismantling is planned. Information is carried forward this way, however, SKB needs to double check that all the original expectations are covered.

The LOT project was formed as a collaboration project, and it was discussed if this had impacted the project in any way. SKB cannot see that the collaboration has had any implications on the execution of the project. In practice SKB has only shared the data obtained from the experiment with other organisations. LOT was originally an Äspö HRL project. In the 1990s when LOT was started, the activities and tests at Äspö were managed fairly independent from the SKB's research program, having a separate budget, etc. LOT was managed by a contractor (Clay Technology). The international partners in Äspö as whole could also participate in LOT and were provided with samples. This was especially true for LOT A2 where there was a large international interest. Many organisations considered this as a training exercise for other future field tests (FEBEX, TBT, etc). SKB decided to formally end the LOT project after the reporting of LOT A2 was completed. There was no reason to have a project when there was no decision on the next excavation date. The maintenance of the remaining packages (S2, S3 and A3) was later transferred to the Äspö operations unit. The excavation of LOT A3 S2 was initiated as a new project. The international cooperation has been continued through the ABM-LOT collaboration. The ABM-LOT collaboration is informal and is open to organisations that are interested in doing investigations on samples from ABM and LOT. All the funding is in-kind by the respective organisations and the collaboration does not have its own budget.

SKB clarified that all material/samples from the S2 and A3 test parcels are stored.

## 2. Milestones and Tollgates

Were additional milestones added for this project? Were the tollgate decisions and/or criteria revised for this project? Gates T0 to T3 should have taken place according to the PMP programme. Is it possible to see the milestone reports prepared to support tollgates T0 to T3? What decisions were made at each tollgate for this project? Where are the outcomes of the tollgate decisions recorded?

SKB's reply/comment: Two updates were made.

- 1) The project time schedule was updated and TG4/5/6 were put forward 2 years due to limitations in the availability of internal resources for bentonite analyses. These analyses are not time critical and thus it is deemed acceptable. It should be noted, that bentonite analyses with a direct connection to copper were prioritised and reported in October 2020.
- 2) In the first project charter, dedicated studies to measure microbial activity and survival were included. Microbial survival was studied in LOT A2, but the results gave no new information compared to other tests. Microbial activity, in the form of sulfate reduction, cannot be studied in the LOT setup. The conclusion during planning was that these questions are better addressed in other dedicated experiments and the studies were thus removed from the project.



Document ID  
1918443, (1.0 Approved)

Security class  
Public

Page  
3(11)

Notes; Quality assurance - LOT meeting 1

The tollgate decisions are recorded in protocols from LOT steering group meetings.

**Discussion:** SSM had read that the experiment was to be retrieved after 5-10 years in the original plans. SKB concluded that from an experimental point of view it has been positive for the long term experiment that the time schedule has been prolonged.

At the meeting, SKB was not exactly sure of the background to the original time schedule mentioned by SSM. After the meeting SKB noted that there are internal documents from 1999 mentioning the possibility of running the experiment for a 20-year period that became a reality due to delays in constructing the spent fuel repository. The original experimental plans for LOT were based on the time schedule for the spent fuel repository. The idea was to dismantle the experiments before the first real canister was deposited. When the planning for LOT started, the aim for repository operation was 2008. The same is true for other field experiments as the Prototype Repository which was planned for a maximum operation time of 20 years, but is still in operation, and for Lasgit, which was planned to be decommissioned in 2007, but where decommissioning started in 2020. In general, a longer duration of a field scale test is positive from a scientific point of view because of the long transients. The exception to this is if sensors start to fail. The time schedules have on the other hand always been based on the need for data in different stages of the repository program.

### 3. Risk assessment

How were risks identified at project initiation? How was learning from previous LOT retrievals and analyses accounted for when planning the project (e.g. risk of damaging parcels during retrieval, any issues in preparation of coupons and tubes for copper corrosion analysis, and possible mitigation measures)? How often is the risk register reviewed and have any risks been added since the start of the project? Have any of the risks been realised?

**SKB's reply/comment:** Risk identification started with the Project Manager (PM) reviewing documentation from previous dismantling activities which provided an initial list of risks. The project group then jointly identified risks and also discussed those prepared by the PM. The project group includes several resources with experience from both earlier LOT dismantling as well as from other Äspö installation and dismantling activities.

Risks are additionally assessed in the risk assessment included in each Activity plan. The authors thus take the main risk list into account when writing activity plans.

Top risks are also reported in Antura (project follow-up tool) where they are included and reported to the client in each monthly report.

The risk list, which is handled as a living document, includes a short risk mitigation plan for each risk. Risks were reviewed and added at working meetings and project group meetings (PGMs).

Two risks were realised:

- 1) For the first parcel there was an edge between the holes of the seam drilling and the risk handling plan to drill core holes had to be implemented. This caused some delays; however, water could be pumped away according to plan and there were no implications for the parcel. The seam drilling equipment was repaired between the parcels and the problem was avoided in the second parcel.
- 2) Another risk relating to the ordering of Mössbauer analysis was also realised and the order was delayed, meanwhile the samples were stored in vacuum sealed bags in order to keep the samples stable.



Document ID  
1918443, (1.0 Approved)

Security class  
Public

Page  
4(11)

Notes: Quality assurance - LOT meeting 1

**Discussion:** It was discussed how SKB ensured that past experiences were taken into account when carrying out the retrieval/dismantling of the test parcels S2 and A3. SKB answered that it was very valuable that Torbjörn Sandén who had been involved from the start of the experiment (installation) was available. Even though experiences are recorded in reports and risks are noted in activity plans from previous test parcel retrievals there are some experiences that are hard to document or transfer to others. It is of course much easier to avoid risks/mistakes since we have retrieved test parcels before and SKB tries to use the same team for retrieval as last time.

SKB gave a short description of the Mössbauer analysis that measures the oxidation state of the iron. The ratio of the oxidation states of iron, Fe(II) and Fe(III) is interpreted as an indirect indicator of the final redox potential in the experiment. Additionally, any change in the ratio during the experiment is an indicator that a redox reaction has occurred, hence an important piece of information for understanding the system.

Daily Logs that SKB uses for the purpose to document the different activities in the tunnel and what the supplier/personal have been working with during the day were discussed. The information is used to detect activities that can have affect other measurements that take place in the underground facility.

If something unexpected occurs where do SKB document this? SKB answered that it depends of its character. Deviations are reported in the system Avärs, the laboratory for water chemistry at Äspö uses log books and it can be noted in the daily logs. In the context of the laboratory at Äspö there has been no unexpected events or deviations noted during the LOT work so far. In the context of tunnel work two risk observations were addressed in Avärs, see further details in question 8.

#### 4. Tollgate review and lessons learnt

What are the findings of the project assurance reviews undertaken for the tollgates so far? Is a record of lessons learnt during the course of the project so far maintained?

SKB's reply/comment: Four top risks were highlighted in the TG3 decision PM (1867780):

- availability of internal resources,
- times schedule,
- cost
- packages could be damaged by water during dismantling.

With the schedule updated and increased budget which was approved at TG3 these risks have not been realised and both schedule and costs are expected to be met. The key technical risk of water damaging the parcels is closed and the implemented risk handling with suction of water and alarms worked as intended.

Lessons learnt will be reported in the experience report at the end of the project. No formal notes are kept at this stage, although the Project Manager has recorded key findings, like the challenges with the seam drilling of the first parcel and the tight fit of the crane when lifting the parcels which will be even tighter for the final parcel, likely requiring a modified lifting procedure.

**Discussion:** It was noted that daily logs also provide a good record of when work is done, which can be important information if there are any interactions between neighbouring experiments (e.g. water pressure effects). The lab protocols which allow comments on any deviation from a defined procedure were also discussed. If that documentation provides significant information for future work it can be added in the experience report.





Document ID  
1918443, (1.0 Approved)

Security class  
Public

Page  
5(11)

Notes; Quality assurance - LOT meeting 1

## 5. Stakeholders and impartial observers

The project charter notes that there are a number of external stakeholders that want to observe the project (including potential collaboration with Posiva) and that this needs to be taken in to account when planning the project. How were stakeholder needs accounted for in planning the project?

Were collaboration activities explored with Posiva before TG1, as required? Was any consideration given to the inclusion of an impartial observer at different stages of the project (e.g. during parcel recovery and analysis) and what was the outcome of such considerations?

**SKB's reply/comment:** The project has discussed with Posiva and samples have been sent, which is of high interest for Posiva due to the relatively long high temperature exposure. Additional samples will be sent upon request.

SKB did consider impartial observers in the early planning stages. Different alternatives were presented and discussed in the steering group for the project. SKB's final decision was to film the retrieval of the experiment and impartial observers were thereby not invited/included. Normally, SKB do not invite impartial observers to the retrieval of long term experiments, but exceptions have been made in the past.

**Discussion:** SKB documented (filmed) the whole retrieval; the drilling, when lifting the test parcels, dismantling, cutting of copper pipes and extraction of the copper coupons. A shorter film describing the work was published on SKB's website. All the film material, which is more than 600 GB of 4k film is saved and if questions arise on how specific field work was carried out it is very useful to be able to go back and check the film material.

It was discussed why SKB decided not to invite an impartial observer, as had been asked for by an environmental group (Miljöorganisationernas Kärnavfallsgranskning, MKG, a non-governmental organisation). The point was made that SKB has conducted a large number of studies (laboratory experiments, theoretical/computational studies, and field tests) of both bentonite and copper. Among these, SKB does not consider the LOT experiment to be neither a unique experiment, nor an experiment of extraordinary importance for copper corrosion (since it was mainly designed to be a bentonite experiment and thus has several limitations as a corrosion experiment) and thus we decided to handle it according to normal procedures for similar experiments. For SKB it was not obvious whom to invite either. Different options were discussed, for example it was considered if SKB could invite the Swedish National Council for Nuclear Waste, another waste management organisation, or SSM, to suggest an independent observer. However, in the end it was decided that filming the whole retrieval was the best option. At the meeting SKB also mentioned that the safety issues in the tunnel also has to be considered when deciding on inviting external participant.

It was discussed how transparent the SKB retrieval plan for LOT was to the stakeholders. In the RD&D programme (Fud-program, in Swedish) it was written that SKB planned to retrieve the test parcels during this Fud period. SKB agrees that the plans could have been presented in a more transparent way. According to current plans, SKB intends to retrieve the last test parcel in 2023.

It was noted that SKB is willing to provide samples from the test to other organisations so they can perform own measurements. For example Posiva and Chalmers (Co-60) have received bentonite samples. A LOT/ABM meeting was planned to be held in Q2 at Äspö for the organisations involved in ABM, and a lot of interest were expressed in having samples. In the end, the meeting had to be cancelled due to the increase of corona virus.



Document ID  
1918443, (1.0 Approved)

Security class  
Public

Page  
6(11)

Notes; Quality assurance - LOT meeting 1

**A follow-up question was asked by Galson Sciences after the meeting:**

The PMP (Section 4.7) states that SKB is willing to distribute bentonite samples on request to anyone interested in doing analyses – Does this literally mean anyone or only research organisations previously engaged in SKB related projects?

SKB answered that it is generally decided case-by-case. It does not exclude scientists or organisations that has not previously involved in SKB work. Samples will be provided if the objectives of the study are sound and clear and the researcher in question has the competence to perform the study. Samples from tests at Äspö have been misused in the past and SKB therefore reserves the right to refuse to supply samples.

**6. Extraction of the Cu coupons**

What procedures were applied to the dismantling of parcels to ensure that there was no damage to the Cu coupons when they were extracted from the bentonite blocks?

SKB's reply/comment: The dismantling of the blocks was planned in detail and carried out according to AP RD KBP1019-19-010 – Grovdelning och paketering av material. LOT-paket S2 och A3.

The Copper Work Package (WP) leader also participated in person to oversee the safe extraction of the coupons.

A metal detector was used to carefully identify the coupons positions and to minimise the risk of scratching the coupons, hand tools made of wood were used to remove the surrounding bentonite clay and extract the coupons.

Coupon retrieval was successful and any scratches or damages would also have been clearly noticed in the gravimetric analysis and/or in the microscopic examination.

**7. Transport of coupons and copper tubes**

What procedures are used to protect the condition of the Cu coupons and Cu tubes during transport to and storage at laboratories?

SKB's reply/comment: The samples (coupons and pipe sections) were directly placed in vacuum bags and transported to the external laboratory, where they were immediately placed in a plastic tent purged with nitrogen gas. The total exposure to dry air is estimated to less than 1 hour.

Discussion: It was discussed how the reference samples are stored. SKB stores the reference coupons in dry indoor conditions and the pipes in non-heated storage. Since the pipes are stored in non-heated storage there can be some corrosion effects on the samples.

**8. Deviations during retrieval, transport and analysis**

Were any problems encountered or deviations from the activity plans for retrieval of the parcels and their transport and analysis identified?

SKB's reply/comment: The preferred way to dismantle the LOT packages is seam drilling, however, seam drilling has commercially been basically replaced by wire sawing and seam drilling tools are not readily available any more. It turned out that there was some play in the reused tool which leads to the holes not being perfectly straight, and thus leaving edges between them. These edges had to be removed using core drilling (as described in the risk handling plan). Dry conditions were maintained and there were no implications other than a time delay and increased costs and the equipment was updated to the second parcel.



Document ID  
1918443, (1.0 Approved)

Security class  
Public

Page  
7(11)

Notes: Quality assurance - LOT meeting 1

Two risk observations were reported and handled in Avärs, one relating to the contractor's helmets lacking straps and one relating to a person being unsure of how to operate the elevator. There was also a risk observation reported relating to a door not being locked after the parcels were removed but before the area was formally confirmed as free from radioactive contamination (all Co-60 had been removed together with the parcels). The noted risk observations were addressed directly.

**Discussion:** The deviations that have been noted so far were discussed. SKB stated that all deviations were documented and reported according to procedures and handled directly when discovered. The deviations did not affect the experiment or the results from the experiment.

SKB explained the differences in the two drilling techniques mentioned during the meeting. SKB considers seam drilling to be a more suitable method when retrieving the test parcels since it is a dry method. For core drilling some water is added which SKB wants to avoid.

It was asked how SKB makes sure that everyone knows what to do during the retrieval. Before larger jobs prejob briefing is held.

#### 9. Suppliers QA

How do you ensure that, before work is undertaken, suppliers have appropriate QA processes in place that are at least equivalent to SKB's?

**SKB's reply/comment:** ISO certified suppliers are preferred and all contracts signed with suppliers allow for SKB to audit the suppliers. An audit was done for Swerea KIMAB AB in 2017, Audit report SKBdoc Id 1610897. A supplier evaluation was done for Clay Technology AB in 2017, SKBdoc Id 1590042

**Discussion:** SKB uses Activity Plans (AP) to describe what activities that should be carried out and which methods to be used. Do suppliers write APs as well? SKB answered that both Clay Technology and Rise KIMAB uses similar documents to describe in detail what to do, in which order and what method that should be used. SKB are involved when preparing these documents but SKB do not approve these documents, they are handled according to the supplier's management system.

Before the analysis at Rise KIMAB it was of great importance that the analyses were made in the right order since there were many different analyses made from few samples. It was also important to be able to make changes along the way after evaluation of the analysis made. This work was performed in a close cooperation between SKB and Rise KIMAB.

It was asked to which extent the audits of suppliers were done. SKB answered that audits are done according to standard ISO 9001. SKB looks at the overall picture and the audits are not done on a method level. SKB does also look at the competence of the supplier.

The pickling method was discussed. SKB was involved in the decision when to take the next step in the analysis. If the supplier would notice a problem or suspect that something was wrong they contacted SKB and the issue was discussed and how to proceed was decided.

It was discussed how the LOT corrosion report TR-20-14 was prepared, and since it was a close cooperation from the beginning, Rise KIMAB did not make a separate report, rather it was written jointly from the start by the SKB and Rise KIMAB authors. Swerim provided a separate report for the TEM analyses which was included in the report TR-20-14 as an appendix. The analytical measurements and results are to be considered as independent results which are entirely reported,



Document ID  
1918443, (1.0 Approved)

Security class  
Public

Page  
8(11)

Notes: Quality assurance - LOT meeting 1

and the conclusions are written mainly by SKB personnel with the support of the supplier. See also issue 3 in the notes from meeting 3 (Notes; Quality assurance – LOT meeting 3, SKBdoc ID 1920891).

It was clarified after the meeting that the operator at the suppliers Rise KIMAB and Swerim do take notes during the analyses and the operator transfers notes relevant for the analyses to a Word-file that is stored in the project file for the assignment.

#### 10. Separate/independent contractors

To what extent are contractors regarded as separate/independent of SKB?

**SKB's reply/comment:** All contractors are regarded as capable companies with the major ones in the LOT project all being ISO certified. It is clear that the contractors are independent companies.

Most of the bentonite analyses related to corrosion were performed by SKB staff using scientific equipment available at SKB.

SKB's experts were engaged in assessing results and thus the conclusions are SKB's.

**Discussion:** SKB can't affect the results obtained by the suppliers and it should be noted that around 50 percent of the analyses are made in-house at SKB. SKB's experts are responsible for the conclusions in the TR-20-14 report and the order of the authors in the reports corresponds to the involvement of the different experts', i.e. in same way as for scientific articles.

It was discussed how deep SKB penetrates the analyses done by suppliers. The TEM and diffraction work made by Swerim was mentioned as an example where SKB haven't looked so deeply into the specific analysis, but rather incorporated the conclusions from the analyses as provided by Swerim. TEM was used to further characterize the corrosion products on the coupons (one from each test parcel).

#### 11. Laboratory audits

Were audits done of the management/QA procedures used by laboratories? Are there records of audits?

**SKB's reply/comment:** No specific audits were carried out during the LOT project.

- Swerea KIMAB was audited in 2017.
- A supplier evaluation was done for Clay Technology AB in 2017, SKBdoc Id 1590042

**Discussion:** It was clarified after the meeting that the suppliers Rise KIMAB and Swerim have yearly independent audits performed by DNV of the standard ISO 9001. Internal audits of KIMAB is done by the quality function at Rise and the results are presented to the business management twice a year. Internal audits are also performed at Swerim. Rise KIMAB and Swerim in Kista are not certified according to ISO 17025.

#### 12. Agreement with suppliers

Were the specific QA procedures, measurement methods, and techniques to be applied in the project discussed and agreed with the suppliers before the analysis was undertaken?

**SKB's reply/comment:** The project asked for offers including what should be measured. This was done in an iterative way through discussions between SKB and the supplier. The orders then refer to the offers, what should be done, and delivered.



Document ID  
1918443, (1.0 Approved)

Security class  
Public

Page  
9(11)

Notes; Quality assurance - LOT meeting 1

**Discussion:** It was discussed that SKB is not obliged to do public procurements. Although SKB tries to do this sometimes for scientific assignments (not done for LOT) it should be noted that there are not that many suppliers available for these types of assignments and it was considered time-effective to go directly to an experienced supplier. In the LOT case SKB considered it valuable using suppliers that had been involved previously in analyses of LOT samples.

It was discussed how many companies there are in Sweden that perform these types of corrosion and material analyses relevant for experiments such as the LOT project. SKB knows of other companies in Sweden that can perform parts of the analyses but Rise KIMAB (Swerim) is the only one that can undertake the whole assignment. It may be noted that it was initially discussed to involve an academic research group abroad, but it was considered difficult due to the need for careful handling of samples during transportation. If using several suppliers, the effort in coordinating the suppliers will increase. Using suppliers from abroad (which is done for other assignments) was considered, however, this alternative may also increase the costs due to, for example, travel expenses. See also issue 2 in the notes from meeting 3 (Notes; Quality assurance – LOT meeting 3, SKBdoc ID 1920891).

### 13. Implications from evolving management system

How has the management process evolved over the course of the LOT programme and what are the implications of the changing QA system (e.g. if improved quality management systems have been introduced, are there implications with regard to the reliability of previous parcel analyses)?

**SKB's reply/comment:** SKB is continuously improving its management system and over the past 20 years, it is clear that some procedures have been improved.

With that said, earlier LOT work was also been carried out in the project form which has been a way to assure a systematic and effective methodology/way of work for achieving high quality results.

In some respects, experiences from earlier installation and dismantling and activities, both within the LOT project and other experiments, play a central role in avoiding potential issues that can affect the quality of the work. It is thus clear that a risk list form 2019 predicts and lowers a greater number of risks than a 1999 version.

**Discussion:** It was discussed whether there are requirements in today's management system that the LOT project have difficulties to meet for the past results. SKB cannot see that there are. SKB's management system has evolved during the long duration of LOT. However, the new or revised requirements in management system would not have changed the scientific quality had they been applied from the beginning of LOT.

### 14. Handling of data

The project charter and Project Management Plan require that all data generated during the project's implementation, and which form the basis for the project's results, must be traceable and stored in SKB's databases. How do you ensure this is undertaken? What data have been submitted to the databases as a result of this project so far (all primary data or just results of analyses)? What QA procedures are applied before data are accepted for inclusion in SICADA? What records are kept on the project file for data submitted to SKB's databases?

**SKB's reply/comment:** Work carried out at Äspö; the activity plans include an activity table, that lists all individual activities, including steering documents, the deliveries/data they generate and



Document ID  
1918443, (1.0 Approved)

Security class  
Public

Page  
10(11)

Notes; Quality assurance - LOT meeting 1

how they are to be stored. This table (physical table) is filled in when the work is done and when deliveries/data is delivered and finally when it is stored and approved.

Work done by contractors; as defined in offers/orders data shall be delivered to SICADA and signed by the WP leader.  
1863807 - AP RD KBP1019 – 19 - 009 – Friboforming och upptag av LOT-paket S2 och A3  
1866317 - AP RD KBP1019 – 19 – 010 – Grovdelning och paketering av material. LOT-paket S2 och A3  
1866344 - AP RD KBP1019 – 19 – 011 – Bestämning av vattenkvots- och densitetsfördelning. LOT-paket S2 och A3

**Discussion:** The type of information/data that are stored were discussed. SKB has stored all data and pictures obtained within the project in the SICADA database. The film material is stored on disks. At the meeting SKB were not sure if data from the Pilot for LOT was stored. After the meeting this was checked and the data is stored for the Pilot as well.

#### 15. FEBEX experiences

To what extent was SKB involved in the FEBEX experiment and the copper coupon measurements for that experiment? Was any learning from FEBEX brought into this project, including the analysis methods and understanding of conditions and corrosion mechanisms? The retrieval and examination of Febex was a collaboration between Nagra, SKB and other organisations.

**SKB's reply/comment:** Since copper was not a material of particular focus in Febex, only two copper specimens were included and initially these were examined very briefly using SEM. SKB considered it relevant to extend the SEM-EDS analysis to examine a larger part of one of the copper coupons in order to get a better understanding of the corrosion morphology observed and to determine corrosion products. In addition, SKB ordered gravimetric analysis of a second copper coupon, in order to quantify the extent of corrosion.

No particular learning from Febex was brought into this project; however, the Febex corrosion results are discussed in both TR-20-14, as in SKBs upcoming safety assessment PSAR.

#### **Discussion:**

The differences between FEBEX and LOT experiment were discussed. The FEBEX experiment probably had a longer oxidic period that can be a result of leakages (via cables). The clay volume in Febex was much larger than in LOT and the central heater was made of steel.

It was also discussed that SKB have performed more analyses this time than for earlier test parcels from the LOT series. It is not considered possible to analyse old copper samples (old test parcels) further, however, for the bentonite it may be possible.

#### 16. Measurements at Rise KIMAB and Swerim

**A follow-up question was asked by Galson Sciences after the meeting:**  
In the meeting note for the RISE/SWERIM visit, it is stated that visual inspection of the samples on arrival was carried out by RISE, as well as the microscopy and gravimetry measurements, and that XRD, SEM and TEM measurements, and the spectroscopic measurements EDS and GDOES, were performed by researchers at SWERIM. However, SKB's presentation in September states that RISE performed all the measurements apart from FIB/TEM, which were performed by SWERIM. Which of the two is correct?



Document ID  
1918443, (1.0 Approved)

Security class  
Public

Page  
11(11)

Notes: Quality assurance - LOT meeting 1

SKB's reply/comment: SKB answered that the description given in the notes from the meeting with Rise KIMAB/Swerim in Kista is correct. The misleading description in SKB's presentation in September was partly due to a misunderstanding after the organisational changes and division of the former Swerea KIMAB in two companies, Rise KIMAB and Swerim. However, the project manager at Rise Kimab was coordinating the whole work package performed within both Rise KIMAB and Swerim. As shown at SSM's visit in Kista, the two companies share laboratories and other facilities.

#### 17. Purchase instruction

A follow-up question was asked by Galson Sciences after the meeting:

T. Sandén of Clay Tech, rather than a member of SKB staff, is identified as the Retrieval WP manager and activity leader. This is allowed according to the Äspö HRL facility working instruction, but the purchasing instruction requires that contacts with tenderers by such staff are limited and only refer to technical issues, and that the external staff member should not be allowed to independently make and communicate decisions with direct influence on the choice of supplier. The Retrieval WP plan [§5.1] summarises the responsibilities of the WP manager. These responsibilities include management of internal resources and checking that invoices linked to the WP are correct before forwarding them to the main LOT project manager. In addition, the WP manager prepares tender documents, evaluates quotes and writes technical specifications for the work orders [11, §14.1]. Evaluation of quotes by a non-SKB WP manager would appear to be conflict with the requirements of SKB's purchasing instruction. Is this a correct interpretation of the documents? Or is there an exclusion documented somewhere?

SKB's reply/comment: The Swedish text is "Intern resurs: Kontrollerar så fakturor kopplade till arbetspaketet är ok och skickar vidare till projektledare". Meaning that this phrase is only applicable for an 'intern resurs' / internal resource, i.e. with the same template, that sentence is applicable for SKB staff. With respect to contracts, a consultant may not be the technical administrator or contact person and cannot be the deciding party when selecting a supplier, however, they may be involved as technical expertise when writing invitations to tender and assessing offers. In this case the consultant has been involved in compiling technical specifications together with the purchase department for preparing invitations to tenders and when technically evaluating for example the drilling companies which is a business that does not compete with Clay Technology AB, this is not in conflict with the purchase instruction.



Document ID  
1921850, (1.0 Approved)  
Reg no

Security class  
Public  
Document type  
Notes

Page  
1(11)

Author  
2020-12-03 Lotta Rubio Lind

## Notes; Quality assurance - LOT meeting 2

Date: November 13<sup>th</sup>, 2020

Participants: *Galson Sciences Ltd*, Tim Hicks, Tamara Baldwin  
*SSM*, Bo Strömberg, Henrik Öberg, Jinsong Liu, Michael Egan  
*SKB*, Johannes Johansson, Magnus Kronberg, Magnus Westerlind, Lotta Rubio Lind

The meeting was held virtually using Skype.

SSM provided questions before the meeting which SKB gave written answers to and presented during the meeting. The questions and answers are all documented below. After each issue, the discussion that followed is summarized.

This meeting was the second in a sequence of three and the focus at the meeting was:

- (i) *Management system & project management (2020-11-05)*
- (ii) *Retrieval, sampling, handling of samples & analysis (2020-11-13)*
- (iii) *Interpretation of results (2020-11-27)*

## Retrieval, sampling, handling of samples and analysis

### 1. Pre-characterisation

TR-20-14 states up front that copper coupons were 'not intended or prepared for detailed corrosion analysis', but the 1998 LOT test plan (IPR-99-01) stated that the copper coupons and 'interesting' parts of the central copper tubes will be analysed to evaluate the mean corrosion rate, and to identify pitting corrosion and corrosion products. Some detailed corrosion analysis has been undertaken, although various caveats are noted in TR-20-14, such as lack of pre-characterisation of the surfaces of the copper coupons and tubes.

- a. Why was the pre-characterisation not done?
- b. How significant are the uncertainties associated with this lack of pre-characterisation?

That is, do these uncertainties significantly affect confidence in results?

SKB's reply/comment:

- a. The importance of pre-characterisation at the microscopic level was probably not realised at the time of initiation of the experiments. In the 1990s, SKB's assessment of localised corrosion was mainly based on literature studies of pitting of copper pipes, archaeological artefacts etc.
- b. The uncertainty is difficult to quantify, but it should be noted that the reference coupons had pits of similar magnitude as the corrosion coupons, despite the fact that their average corrosion depth was only about 10% of the corrosion coupons. Similar results have been obtained by comparison of corroded and reference specimens in ABM 5 (TR-18-17), a test





Document ID  
1921850, (1.0 Approved)

Security class  
Public

Page  
2(11)

Notes: Quality assurance - LOT meeting 2

parcel from another experimental series similar to LOT. It may be further noted that even newly prepared and polished coupons, displayed pits of tens of  $\mu\text{m}$  (TR-18-14).

It is thus possible that the topography observed in LOT is due to initially occurring defects of mechanical origin that has later been affected by the corrosion process.

**Discussion:** It was discussed if it is possible to distinguish between pits formed by corrosion and mechanically induced pits. In the report TR-18-14 it is obvious what has caused the pits on the unexposed (reference) coupons. But for the LOT experiment it is difficult to say for certain due to the lack of pre-characterisation.

Probabilistic modelling of localized corrosion during initially aerobic repository conditions was discussed in the context of field tests like LOT and Febex.

Differences between Febex and LOT were discussed; e.g the FEBEX experiment was probably exposed to oxygen for a longer time period than LOT, (both due to the clay volume and possibly due to leakage via cables).

It was concluded that SKB assesses the measured pit depths on the LOT specimens conservatively by assuming that all pits are results of localised corrosion.

## 2. Milled or polished side

What is the significance of having a milled side and a polished side to the copper coupons?

**SKB's reply/comment:** The polished side was probably intended for the evaluation of localised corrosion. The milled side was examined with LOM since it was judged to be potentially more reactive than the polished side and because it more closely resembles the rough KBS-3 canister surface (P-12-22, P-13-50, P-17-11).

Examination of cross-sectioned coupons with SEM was done on the polished sides for one coupon from each test parcel. It may be noted that newly prepared and polished coupons (SiC, grit size P4000), also displayed pits of tens of  $\mu\text{m}$  (TR-18-14).

**Discussion:** It was discussed if there would be any advantage of polishing the copper canister. It may be noted that the main reason for localised corrosion would not be surface topography but rather passivation of the surface. Also, in the repository (as well as in field tests), localised corrosion during initially oxygenated conditions is a process limited by mass-balance.

## 3. Deviations from activity plan

Were any deviations from the activity plan for division and retrieval of the parcels necessary?

**SKB's reply/comment:** With respect to retrieval, there was the previously discussed issue with rock edges between boreholes which prompted additional drilling of core holes (meeting 1, question 8).

There were no deviations from the activity plan for division of the parcels.

**Discussion:** SKB handled the challenges with the seem drilling straightness during retrieval without affecting the copper samples, but it did increase the costs slightly and it took more time to retrieve the test parcels. The corrosion analysis was controlled by internal steering documents at Kimab and Swerim, not by SKB's activity plans. There were no major deviations from the original plan for the corrosion analysis. The pickling method used in the gravimetric analysis had to be



Document ID  
1921850, (1.0 Approved)

Security class  
Public

Page  
3(11)

Notes; Quality assurance - LOT meeting 2

tested and adjusted (as described in TR-20-14), however, that was not totally unexpected and is not regarded as a deviation in that sense.

#### 4. Hand tools

Hand tools were used to extract the coupons so as not to damage or scratch them. What tools were used and was damage avoided?

**SKB's reply/comment:** First of all, the original design drawings for the LOT parcels were used to identify the positions of the coupons. Next, a metal detector was used to verify the position to an accuracy of about a few cm.

Finally, a rubber hammer and a wedge made of wood were used to remove the clay. When the edge of the wedge came close enough to the position of the coupons, the remaining clay typically divided in a way that part of the coupon was exposed.

**Discussion:** Two lessons learned from earlier retrievals of large-scale field tests were that it is difficult to remove compacted bentonite clay and that it is easy to scratch or damage small specimens inside the bentonite. SKB used these experiences and took several precautions when extracting the copper coupons. For example, the position of the copper coupons were determined from the original drawings from the assembly of the test parcels and the exact positions were verified using a metal detector. In this way, the extraction took longer time but it was successfully done, all eight coupons were retrieved without any damage.

#### 5. Calibration

Were there any issues identified with regard to calibration and are calibration records available?

**SKB's reply/comment:**

- Analytical balance (Rise KIMAB): Calibrated annually.
- XRD (at Rise KIMAB): Calibration of the instrument is done on regular basis by measuring Corundum NIST standard sample. The peak position identification and offset calculation is then done using EVA Diffraction program available by Bruker.
- SEM-EDS (at Rise KIMAB): Typically, the calibrations for magnification and energy positions in the EDS spectra are checked every year during maintenance. Normally, there is no need to correct them since they vary very little over time. For EDS you will know directly if the calibration is wrong, since all peak positions will be off. Either everything is wrong or nothing. An experienced operator will notice if anything is wrong.
- TEM (at Swerim): Magnification calibration, i.e. the scale bar for imaging and also for diffraction in the TEM, may not be more accurate than +/-5%. For diffraction, typically calibration/normalization is done using a known phase before extracting the data, e.g. pure Cu.
- Regarding XRF for bentonite analysis, the instrument has an internal calibration named Omnia from Panalytical.
- SEM for bentonite had an internal calibration function.

Regarding test sensors there are also calibration protocols available.

**Discussion:** Overall the heating and temperature sensors have operated well. The heating system was updated with new components in September 2014 which resulted in a small drop in temperature, however, it does not affect test results in any significant way. This is reported in TR-20-11.



Document ID  
1921850, (1.0 Approved)

Security class  
Public

Page  
4(11)

Notes; Quality assurance - LOT meeting 2

Calibration of scales at the laboratory at Äspö was discussed. SKB's water chemistry laboratory is an accredited laboratory and has routines for these types of calibrations which are also implemented in the Material research laboratory where the majority of SKB's internal bentonite analyses are done (the SEM is located at the Canister laboratory).

#### 6. O content

The tube copper had a higher O content than the Cu-OFP used in the copper disposal canisters. What is the significance of the difference in Cu grade in terms of possible corrosion rates and mechanisms?

SKB's reply/comment: The difference is probably of low significance but we found it appropriate to mention. However, no conclusions in the report TR-20-14 are based on this difference. The main difference is the content of P and O. Cu susceptible to H sickness typically has  $\sim 10^2$  wt-ppm O.

	O (wt-ppm)	P (wt-ppm)
Cu-OFP	<5	30-70
SS 5015-04	$\sim 30$	150-400

Discussion: The difficulties of comparing different field experiments were discussed. SKB considers it difficult to compare coupons and pipes in the LOT experiment since they have to be examined with different method due to their size and degree of pre-characterisation.

SSM mentioned that preliminary results based on electrochemical potentiodynamic measurements suggest that pure copper is more prone to passivation as compared with OFF-copper. There are, however, still no definite results.

#### 7. Reference materials

Regarding the reference materials:

- Was any pre-characterisation work done on the reference coupons and reference tube?
- Have estimates been made of the rate and type of any corrosion expected on the reference coupons and tube during dry storage? In Section C1.2, it is noted that there is cuprite on the reference coupons.
- Table 3-3 of TR-20-14 indicates that, during storage, the reference coupons corroded more than the test coupons. Was this expected, or is it possible that what is seen on the reference coupons are surface defects that could be present on manufacture?
- Would there be any benefit in looking further at the surface of newly prepared copper to understand its characteristics and surface defects on manufacture (as noted in Section 4.3)?

SKB's reply/comment:

- No pre-characterisation was made (see reply to Q1).
- Photos of the reference coupons and pipe are shown in Fig A-11 and A-16 in TR-20-14 and it's evident that some oxidation has occurred during storage.
- The reference coupons were analysed gravimetrically and the total mass-loss corresponded to 0.07 and 0.16  $\mu\text{m}$  corrosion for the two coupons (Table 3-2, TR-20-14). The data in Table 3-3 are pits/defects; these are not necessarily related to corrosion as explained in reply to Q1 and Q2.
- In general, yes, to facilitate interpretation of future field tests. Especially older field tests in which the importance of microscopic pre-characterisation wasn't fully realized. Must be



Document ID  
1921850, (1.0 Approved)

Security class  
Public

Page  
5(11)

Notes: Quality assurance - LOT meeting 2

done by preparing new coupons according to the same method as the corroded specimens, e.g. regarding cutting technique and polishing depth and/or fineness.

**Discussion:** It was discussed whether it would actually be useful to evaluate newly prepared surfaces, since it would require detailed documentation of the preparation of the specimens in order to be comparable.

SKB mentioned that the preparation of specimens of the MiniCan experiment is well documented, but for the LOT experiment SKB is not sure if it would be possible or even meaningful due to interpretation difficulties. The LOT coupons were prepared at Studsvik more than 20 years ago.

## 8. Microbes

Regarding microbes:

- a. IPR-99-01 stated that microbial populations in groundwater will be analysed before emplacement and at the end of the experiment and that bentonite samples will be examined for microbial populations. Was information on microbial populations obtained?
- b. How was information at the start of LOT recorded and stored, and was information about preparation of the bacteria samples managed separately to result in the information being lost?

**SKB's reply/comment:**

- a. Microbes in Äspö groundwater have been studied in several projects and close to the LOT site is the Microbe site with measurements reported in *IPR-00-36 The microbe site, Drilling, instrumentation and characterization*. With respect to groundwater measurements, no specific measurements were made in LOT, so available data is from these nearby experiments. It should be noted that there are quite large local variations.
- b. Data were stored in SICADA from the start. For example, there is 47 SICADA activity Ids stored regarding the first two pilot parcels. Information regarding bacteria in the bentonite plugs is not lost; the work which has been done is described in *TR-00-22 Long term test of buffer material. Final report on the pilot parcels* and *TR-09-29 Long term test of buffer material at the Äspö Hard Rock Laboratory, LOT project. Final report on the A2 test parcel*. Bacteria in the plugs at the termination of the pilot parcels are reported in *TR-00-22*, chapter 7. Furthermore, Appendix 1 in *TR-09-29* covers the bacteria work for A2. By mistake data concerning bacteria placed on the copper coupons at installation were not stored. That work was part of LOT and was not managed separately (however done by another contractor, Micans, but it should be noted that SKB is always responsible for the final documentation).

**Discussion:** SKB have been in contact with the supplier that prepared the coupons with bacteria before test installation. It is considered likely that the bacterial media contained sulfate reducing bacteria (SRB), since these are considered as the microorganism having the most potential influence on the corrosion process, however, by mistake the documentation of this information has been lost.

It was discussed if any studies of bacteria could have been done on the sand that is underneath the test parcels but since copper does not interact with sand in the KBS-3 system, it has not been studied at this stage.

It was discussed why there was an 8 m pilot hole drilled when the test parcels are 4 m. Hydraulic testing is reported in *TD-99-25 Äspö Hard Rock Laboratory, Long term test of buffer material*, Hydraulic tests in five boreholes in the G-tunnel of Äspö HRL, however, it has not been



Document ID  
1921850, (1.0 Approved)

Security class  
Public

Page  
8(11)

Notes; Quality assurance - LOT meeting 2

documented why 8 m pilots were used, possibly to get a better picture of the area close to the experiments.

#### 9. Saline water

The formation water supplied to the boreholes was observed to become more saline and alkaline over the duration of the test. Is there an explanation for these changes and could they influence copper corrosion mechanisms or bentonite behaviour in any significant way?

**SKB's reply/comment:** SKB has not done an in-depth analysis on the water in the area closest to LOT, however, 'upconing', when more saline, deeper, water rises towards the tunnel system is frequently observed at Äspö and is most likely the explanation also in this case.

With respect to affecting the bentonite the changes will have only marginal effect on the bentonite properties, see for example *TR-06-30 Mineralogy and sealing properties of various bentonites and smectite-rich clay materials*

There is very little Cl on the copper surfaces, typically <1 at-% and a few observations of up to ~3 at-% locally. This is similar to (or less than) what was found in LOT A2 (TR-09-29) and Prototype Repository (P-12-22).

**Discussion:** It was discussed why there is so little Cl at the copper surface. SKB states that the salinity is difficult to compare with previous test parcels since they were not analysed in the same way or to the same extent as LOT S2 and A3.

#### 10. Monitoring corrosion potential

Why was monitoring of the corrosion potential of the copper or redox potential not attempted during LOT?

**SKB's reply/comment:** In general, the main focus of the LOT series was not copper corrosion. However, attempts were made to measure corrosion rates electrochemically by an electrode system installed in the test parcel LOT A2. Rate measurements were made but there was no recording of  $E_{corr}$  (Rosborg and Pan, *Electrochimica Acta* 53 (2008) 7556–7564).

$E_h$  was regarded as practically unfeasible to measure in compacted bentonite in the 1990s, especially in a field test where it is difficult to install and maintain a reference electrode on long time-scales.

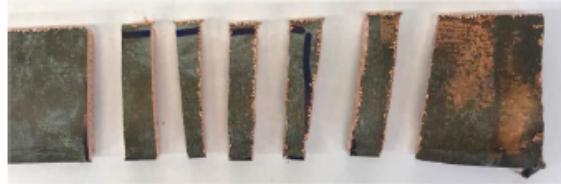
#### 11. SEM cross-section analysis

Tube samples were chosen for SEM cross-section analysis based on visual appearance (Section 2.3). What criteria were used to judge the area to select?

**SKB's reply/comment:** It was decided to sample "type-areas" based on their visual appearance, for example light (Cu coloured), dark/black, and with grey deposits (could be bentonite and/or gypsum). This is shown in figures G1-G5 in TR-20-14. As exemplified for area 1 for the pipe sample from A3, several cross-sections were examined for each area (Fig G6 in TR-20-14).

Document ID  
1921850, (1.0 Approved)Security class  
PublicPage  
7(11)

Notes; Quality assurance - LOT meeting 2



**Discussion:** SKB believes that sampling “type-areas” was an appropriate way to choose samples for the analysis. It should be noted that the darkest parts are not necessarily the most corroded, since corrosion products may in some cases adhere to the bentonite surface in contact with the pipe.

SKB has examined parts that were exposed to temperatures relevant for the repository. The pipe sections in blocks 21-23 were also selected for practical reasons, that is, they were in the same bentonite blocks as the coupons. Other parts of the pipes have been stored at Äspö HRL and could still be analysed.

It was discussed whether the thermal gradient in the experiment can affect the corrosion depth (and rates). Due to this gradient the oxygen will be transported from the cooler part and it can cause a higher corrosion rate at the warmest part of the pipe. This could mean that the corrosion rate is overestimated for the warmer part, while underestimated for the cooler part, as compared with the situation without an axial thermal gradient along the pipe. It was noted that such an axial thermal gradient would not be present in the repository, where the temperature increase is caused by spent fuel residual heat rather than an electric heater.

## 12. Mass loss measurements

What is the accuracy of the mass loss measurements?

**SKB's reply/comment:** The accuracy of the gravimetric analysis done at Rise KIMAB was +/- 0.00009 g.

**Discussion:** The pickling process was discussed. It is a standardised methodology using a reference copper sample.

## 13. XRD results

Regarding the XRD results, Figure C-2 shows a peak at position 42 for coupon A3/K. The peak is attributed to  $\text{Cu}_2\text{S}$ , but isn't it  $\text{Cu}_2\text{O}$ ? Also, on a close look, the peak at position 30 seems to coincide with a small  $\text{Cu}_2\text{O}$  peak rather than bentonite clay. Any correspondence with components of bentonite clay does seem very weak.

**SKB's reply/comment:** It is a mistake in the report, the peak at 42 corresponds to  $\text{Cu}_2\text{O}$ .  $\text{Cu}_2\text{S}$  peaks should be at 37, 46, and 48. Peaks are weak but present on several samples.

SKB agrees that the peak at 30 seems more like  $\text{Cu}_2\text{O}$  than bentonite, although we don't see that this is commented on in the report. Other peaks from bentonite are present in the diffraction patterns for some coupons, e.g. the peak at 22 for coupon A3/K and A3/I.

**Discussion:** The precision of the methods used was discussed broadly.



Document ID  
1921850, (1.0 Approved)

Security class  
Public

Page  
8(11)

Notes: Quality assurance - LOT meeting 2

SKB clarified that the peak at 22 corresponds to bentonite. The bentonite is not evenly distributed over the coupon surface and the samples have to be washed with deionized water before the analysis otherwise the bentonite layer would be too thick.

#### 14. C contamination EDS

What is the source of the C contamination noted in the EDS results (e.g. Figure C-46)?

**SKB's reply/comment:** The contamination is typically a few monolayers on the surface, covering the whole sample surface, but sometimes more. In SEM and TEM, the electron beam attracts adsorbed carbon and hydrocarbons, so that carbon migrates to the beam and is there cracked and builds up a layer of carbon in the area which the beam scans. During an EDS analysis, the beam scans the same area for a long time, so a lot of carbon can build up. In SEM, the vacuum is lower, so even more carbon can end up on the sample from parts inside the chamber.

It may be noted that EDS data both including and excluding C is presented in Appendix C. There is no major impact on the evaluation of the levels of other elements due to C (See e.g. Fig C-46).

#### 15. Zinc contamination

Has any reason been found for the detection of zinc in the reference coupons?

**SKB's reply/comment:** The source of Zn on the reference coupons is unclear, we did not identify a source of zinc, and nothing in the handling of the samples at Rise KIMAB should have contaminated the samples. Possibly, there was an unknown source for Zn in the laboratory at Clay Technology where the reference specimens were stored for over 20 years.

#### 16. Bentonite composition or fingerprint

For the EDS analysis (Section 3.3), would it be possible to identify a bentonite composition or fingerprint that would enable the bentonite component to be removed from the EDS results to give clearer focus on the corrosion product composition?

**SKB's reply/comment:** Rise KIMAB has replied; the problem is that the quantification is not so accurate when there are several phases in the same position/pixel. Also, the bentonite doesn't seem to be homogeneously distributed. It contains a lot of small nanoparticles, so the composition is not the same in different positions. There is sometimes water present. What you get is only a mean composition, which may vary spatially. Therefore, you don't know what composition to deconvolute and the EDS results should mainly be used in a qualitative way.

#### 17. EDS analysis $\text{Cu}_2\text{S}$

The EDS analysis (Section 3.3.1 and Appendix C) does appear to consistently indicate a  $\text{Cu}_2\text{S}$  phase at the surfaces of the coupons that were at cooler temperatures (block 30) but not at the surfaces of the coupons that were warmer (block 22). Is there any explanation for this? Is it statistically significant? The results for tube sample S2 (Figure 3-20) appear to contradict this so perhaps it is not significant.

**SKB's reply/comment:** There is some support of this observation in the EDS analysis made for larger areas ( $\text{mm}^2$ ) of the coupons (Table 3-1). The same trend is not seen in the corresponding data for the pipes (Table 3-5), however, the data set is small.



Document ID  
1921850, (1.0 Approved)

Security class  
Public

Page  
9(11)

Notes: Quality assurance - LOT meeting 2

**Table 3-1. EDS data of copper coupons at 100× magnification (at%).**

Coupon	Block	O	Si	S	Cu	Ca	Fe
A3/I	22	50.8	12.1	2.0	22.6	3.1	0.4
A3/J	22	68.7	3.2	0.7	23.7	1.6	0.2
A3/K	30	28.7	5.7	7.8	53.9	0.3	0.2
A3/L	30	34.9	8.7	8.7	42.4	0.4	0.3
S2/M	22	40.2	10.5	2.2	37.3	0.5	0.3
S2/N	22	37.3	10.3	1.5	44.3	1.4	0.3
S2/O	30	38.7	9.3	5.9	38.5	0.5	0.3
S2/P	30	40.9	11.5	7.3	33.3	0.4	0.4

**Table 3-5. Selected EDS data of copper pipe samples at 100× magnification (at%).**

Sample area	O	Si	S	Ca	Fe	Cu
A3 pipe "white"	46.2	10.5	12.3	21.1	1.1	3.5
A3 pipe "dark"	29.1	16.9	4.2	1.2	1.1	38.2
S2 pipe "Cu"	16.4	7.9	1.3	2.1	0.7	61.6
S2 pipe "dark"	23.4	16.0	3.7	1.2	1.4	41.8

**Discussion:** It was concluded during the discussion that the small number of observations makes it difficult to draw any conclusions. It was mentioned that sulphide comes with the groundwater, which may not have been evenly distributed in the test parcels.

#### 18. Diffraction analysis

The diffraction analysis (Section C1.4.3) appears to provide a means of identifying the composition of corrosion products, but the discussion is complex and the d values to compare with 1/d do not seem to be provided. Will a more detailed explanation and results be published?

**SKB's reply/comment:** Swerim has replied; It is not possible to unambiguously determine which phase(s) exist in the samples as there are so many small particles close to each other and each diffraction pattern obtained usually contains information from several different phases. When these phases have similar d-values and in many cases almost the same, it is not possible to distinguish which phase it is with our TEM equipment. This is further affected by the fact that it is not possible to get a better accuracy than about +/- 5% on all values. The accuracy does not depend on the calibration of the instrument but on a number of factors during measurement and postprocessing of data.

**Discussion:** SSM and SKB agree that TEM is an interesting method for trying to distinguish between different corrosion products. SKB will continue exploring this method.

#### 19. Figure D-7 Cu<sub>2</sub>S

In Figure D-7, it is not convincing that Cu<sub>2</sub>S is being indicated as present on coupon S2/P. Is the figure showing the reflections discussed in Section C1.2 rather than a signal for Cu<sub>2</sub>S?

**SKB's reply/comment:** Yes, but on peak 49 there is a small "shoulder", which is Cu<sub>2</sub>S, according to Swerim. It is not very clear but it is an indication. SKB noted that the stoichiometry of Cu<sub>2</sub>S is





Document ID  
1921850, (1.0 Approved)

Security class  
Public

Page  
10(11)

Notes; Quality assurance - LOT meeting 2

also in agreement with the Cu:S ratio obtained from TEM-EDS, which supports the interpretation that Cu<sub>2</sub>S was formed.

#### 20. The purpose of the H measurements

What is the purpose of the H measurements? Is it to provide evidence to support arguments that hydrogen embrittlement doesn't occur?

**SKB's reply/comment:** The purpose of the H measurements was to investigate whether there was any uptake of H in the copper material, which could potentially lead to embrittlement effects.

**Discussion:** It was discussed whether H-loading could occur in the experiment. During sulphide corrosion it would in principle be possible, but in this experiment the extent of sulphide corrosion was very low (which is expected due to the low sulphide concentration in the groundwater and the slow inflow of groundwater through the bentonite).

#### 21. Timescale for oxygen consumption

Could the measured amount of corrosion and the expected rate of corrosion give an indication of the timescale for oxygen consumption in LOT?

**SKB's reply/comment:** The rate of corrosion has probably changed significantly during the initial period of exposure. Integrated corrosion rates are discussed in TR-20-14 for both coupons and pipes, however these will underestimate the initial corrosion rates and overestimate the long-term rates. Comparison with data from LOT A2 shows a clear decrease in the integrated corrosion rates for all types of copper surfaces.

It may be noted that laboratory experiments with copper in bentonite under aerated conditions reported gravimetrically determined corrosion rates of 100-200 µm/y for the first month at 50-80°C (Litke C et al., 1992. A mechanistic study of the uniform corrosion of copper in compacted clay and soil. AECL-10397, AECL, Canada.) This implies that the depletion of O<sub>2</sub> could be rapid. However, this doesn't mean that the environment becomes reducing, since Cu(II) may be present for longer periods (TR-10-67, TR-18-08).

**Discussion:** This issue was only discussed briefly and was planned to be discussed further at the third meeting (2020-11-27).

#### 22. Coupon S2/P

Are there any further views on why coupon S2/P was less corroded than other coupons?

**SKB's reply/comment:** Not really, but it may be noted that the corrosion of gravimetric specimens in earlier LOT test parcels and the similar ABM 5 experiment showed variation both within and between test parcels, which is also discussed in section 4.2.1 in TR-20-14.

**Discussion:** Why this variation occurs was briefly discussed. It is unclear if variation in transport conditions or chemical variations can have an effect.

#### 23. Correction factor (the issue was added at the meeting)

**Discussion:** The correction factor mentioned by Peter Szakalos was discussed. This means that corrosion estimated from measurements of copper in the clay needs to be multiplied with a factor in order to capture the total corrosion depth, i.e. including adherent corrosion products- SKB has measured copper in the bentonite adjacent to coupons and adherent corrosion compounds at the surface of the coupon samples. This was then compared with the mass loss of copper from the



Document ID  
1921850, (1.0 Approved)

Security class  
Public

Page  
11(11)

Notes; Quality assurance - LOT meeting 2

sample. This method performs quite well, since the adherent layer of corrosion products was generally very thin (ca 1  $\mu\text{m}$ ). SKB did not apply a correction factor. It was also noted that the estimate of corrosion from copper in the clay is not a standard method.

This issue will be further discussed at the third meeting.



Document ID  
1920891, (2.0 Approved)  
Reg no

Security class  
Public  
Document type  
Notes

Page  
1(18)

Author  
2020-11-27 Lotta Rubio Lind  
Quality assurance  
2021-01-20 Lotta Rubio Lind (Approved)

## Notes; Quality assurance - LOT meeting 3

Date: November 27, 2020

### Participants:

*Galson Sciences Ltd*, Tim Hicks, Tamara Baldwin  
*SSM*, Bo Strömberg, Henrik Öberg, Jinsong Liu, Michael Egan (participated the first part of the meeting)  
*SKB*, Johannes Johansson, Magnus Kronberg, Magnus Westerlind, Lotta Rubio Lind

The meeting was held virtually using Skype.

SSM provided questions before the meeting which SKB gave written answers to and presented during the meeting. The questions and answers are all documented below. After each issue, the discussion that followed is summarized.

SKB was responsible for taking notes at the meeting. The notes were sent to SSM and SSM distributed the notes to Galson Sciences for a factual control before the notes were approved in SKB's document system.

It should be noted that SKB have added clarifying text after the meeting for issues 3, 8 and 18.

This meeting was the last in a sequence of three and the focus at the meeting was:

- (i) Management system & project management (2020-11-05)
- (ii) Retrieval, sampling, handling of samples & analysis (2020-11-13)
- (iii) Interpretation of results (2020-11-27)

## Quality management system

### 1. Selecting suppliers

What evaluation criteria do you use when selecting SKB's external supplier companies (e.g. KIMAB, Swerim, Clay Technology)? Do you have minimum requirements for respective company expertise and profile?

**SKB's reply/comment:** SKB prefers that the suppliers are ISO-certified. A supplier evaluation is performed before contracting a new supplier and is renewed regularly to assure that the company still meets SKB's expectations. In the evaluation the different criteria are described in 1056110 – Inköpsinstruktionen (Purchase instruction), and these criteria regard:

- Economy
- Quality assurance
- Environmental impact



Document ID  
1920891, (2.0 Approved)

Security class  
Public

Page  
2(18)

Notes; Quality assurance - LOT meeting 3

After delivery an evaluation of the new company used is done by the client according to a template provided by the procurement unit at SKB. For previously evaluated companies, additional evaluations should be made if called for by new experiences. These procedures are in place to ensure that past experiences are taken into account when considering a company for additional assignments.

Smaller companies and sole proprietorships do not necessarily have ISO-certifications and are then chosen for their unique expertise. The evaluation is then based on CVs, level of education, publications in the scientific literature, etc.

**Discussion:** SKB clarified that also for larger companies it can be specified which staff members at the supplying company that will perform the assignment. The competence of the individual is evaluated from CVs and descriptions provided by the companies. If the supplier, for some reason, has to change personnel for the assignment SKB has to approve the change. This is applicable for those assignments for which SKB requires specific personnel at the supplying company, and this procedure is stipulated the order.

## 2. Collaboration with consultants

How long has SKB collaborated with KIMAB, Swerim, and Clay Technology?

**SKB's reply/comment:** The relationship between SKB and these companies has a long history. SKB (and its predecessor the KBS-project) has collaborated with the Swedish Corrosion Research Institute (Korrosionsforskningsinstitutet) and the Swedish Institute for Metals Research (Institutet för Metallforskning) at the Royal Institute of Technology (KTH) since 1977. Corrosion studies were performed from 1977, and creep studies started in 1984. These two institutes then merged and formed KIMAB, later Swerim KIMAB. A couple of years ago the company was divided into Rise KIMAB and Swerim.

Clay Technology was formed in 1988 and SKB has been using the company from the beginning. The company was formed by parts of SGAB (Sveriges Geologiska AB, a state-owned company formed in 1982) with which SKB collaborated before Clay Technology was formed.

**Discussion:** It was discussed how many companies there are in Sweden that perform these types of corrosion and material analyses relevant for experiments such as the LOT project. SKB knows of other companies in Sweden that can perform parts of the analyses but Rise KIMAB (Swerim) is the only one that can undertake the whole assignment. Using suppliers from abroad (which is done for other assignments) was considered, however, this alternative may also enhance the costs due to, for example, travel expenses. It may be noted that it was initially discussed to involve an academic research group abroad, but it was considered difficult due to the need for careful handling of samples during transportation. If using several suppliers, the effort in coordinating the suppliers will increase.

## 3. Report procedures

Do contracting companies provide internal company reports to SKB which are then further processed within SKB to SKB TR- or R-reports?

**SKB's reply/comment:** Yes, in some cases, depending on the degree of involvement of SKB's experts in the actual work done. When SKB experts are involved in the work they are normally involved at an early stage of experimental planning, analysis and reporting. In such cases the SKB expert is usually a co-author of the report. For other reports the only post-processing is editorial, i.e. typesetting and printing of the report.



Document ID  
1920891, (2.0 Approved)

Security class  
Public

Page  
3(18)

Notes: Quality assurance - LOT meeting 3

**Discussion:** It was discussed how the LOT corrosion report TR-20-14 was written. Since it was a close cooperation from the beginning, Rise KIMAB did not make a separate report, rather it was written jointly from the start by the SKB and Rise KIMAB authors (see further the list of authors of TR-20-14). This has been the procedure for several SKB reports produced in collaboration between SKB and other companies, e.g. Rise KIMAB. Swerim provided a separate report for the TEM analyses, which were done at a late stage during the work (it was an additional separate order), which was included in the report TR-20-14 as an appendix. This section (as all other appendices) were subject to peer review with the rest of TR-20-14. The analytical measurements and results are to be considered as independent results which are entirely reported, and the conclusions are written mainly by SKB personnel with the support of the supplier.

It was discussed that for some assignments the supplier provides SKB with a draft report that SKB publishes in a SKB report series (TR-, R-, P-). When receiving the draft SKB goes through the draft (delivery control) and have a dialog with the author in order to clarify any ambiguities in the report and in some cases a new version with clarifications is requested before a formal review is performed of the report. The review of reports in the SKB report series are handled in the same way no matter if it is a TR-, R- or a P-report and with the same requirements on the review. The number of reviewers depends on the availability of reviewers with the right competence, sometimes it is necessary to combine several reviewers to fully cover the content/extent of the report. When choosing the reviewer/ers it is also important that the reviewer haven't been involved in the writing of the report. The reviewer/ers can be an internal staff member or an external consultant. After the review and before publication the report is adjusted to the SKB layout.

It was discussed if SKB have a written policy concerning openness of results. It is widely known at SKB (a SKB culture) that we should publish all of our results from scientific assignments in order to maintain trust from the authority and society, however, at the meeting SKB could not say if the openness-policy was clearly stated in the management system at present and would doublecheck this which has been done in the text below:

**Additional information after the meeting:**

The SKB Policy refers to the four general principles that are expressed in SKB's Code of Conduct. One of the principles concerns *Openness*;

*"Vår verksamhet drivs framåt av människor och samarbeten, och vi vet att transparens i ord och handling genererar förtroende och respekt. Vi är generösa med vad vi vet och delar gärna med oss av vår kunskap. Vi söker nya perspektiv, är innovativa och arbetar tillsammans med andra för att öka utvecklingstakten. När vi kommunicerar är vi proaktiva, transparenta, tydliga och relevanta."*

*"Our activities are driven by people and cooperation, and we know that transparency in words and deeds generate trust and respect. We are generous with what we know and willingly to share our knowledge. We seek new perspectives, are innovative and work together with others to increase the pace of development. When we communicate, we are proactive, transparent, clear and relevant"(unofficial translation).*

Through the mandatory review of the RD&D programme reports, SSM oversees the development of management and disposal systems in the pre-licensing process. The review process includes opportunities for broad public participation in the development of the Swedish system for managing spent fuel and radioactive waste. The RD&D-programme can be found in the Management System for SKB in the part where the vision, goals and strategy of the company is described. In the latest SKB RD&D program published in 2019 it is stated in section 5.1.4 *Review, openness and transparency* that:



Document ID  
1920891, (2.0 Approved)

Security class  
Public

Page  
4(18)

Notes; Quality assurance - LOT meeting 3

*“SKB’s research is conducted on the basis of the requirement that research results should be correct, traceable, reproducible and relevant for SKB’s mission. To achieve this, SKB has developed and applies procedures for quality assurance of the execution of research projects and tasks. There are also special procedures for quality assurance of safety assessments, which include approval of research results, data and models for use in the assessments, see also Section 5.4.*

*The fundamental principle is that SKB’s research results will be published in the open literature to facilitate external review. Research results have, since the research programme was initiated in the 1970s, been published and will continue to be published in SKB’s report series, which are available on SKB’s website. Before they are published, the reports have undergone internal and/or external review in accordance with established procedures. Quality-assured data from SKB’s site investigations, technology development and research are saved in databases and are available for the authorities in their review.*

*SKB also strives to publish relevant results in scientific journals and encourages its own personnel, as well as research institutions and consultants that SKB is collaborating with, to publish results. An independent review of the results is carried out through the peer review that takes place before publication. SKB’s research results are also presented and discussed at scientific conferences and are published in the conference proceedings.*

*SKB is also working to disseminate research results outside the scientific community. For example by publication in popular scientific journals, publication on SKB’s website and in SKB’s paper Lagerbladet, themed evenings (mainly in Östhammar) and information at schools and universities.”*

#### 4. External data deliveries

How are data deliveries from contractors controlled? That is, are data post-processed for recording in SICADA/use in reports?

**SKB’s reply/comment:** Data is sent (by e-mail or via ftp) by the contractor and stored in SICADA, and a resource responsible for the work approves/releases the data in SICADA. With respect to post-processing, it depends on the data type. For example, temperature is stored as raw data, while other data are stored both as a raw data measurement files and calculated results in a template. For reports, calculated results are generally plotted or presented in tables. A general principle is that no data should be omitted. If it is obvious that e.g. a sensor is malfunctioning (for example showing unrealistic or unphysical values), it shall be documented that data from this sensor is removed and why.

**Discussion:** It was discussed how SKB handles identified errors in data already delivered and approved in the SICADA database. SKB replied that the supplier (internal or external supplier) then corrects the data sheet/table and send an updated version to the SICADA operators. The older version of data is then locked for use and only the updated data can be used/delivered for further use in, for example, modelling and reports. The SICADA operator also makes a SICADA bug-report in order to document the change.

It was also discussed how a contractor can access data from SICADA, this is done according to an instruction, using a template that is sent to the SICADA administration after which they provide approved data. If larger errors, errors that can affect model results and conclusions, are identified at a later stage, those who have received that data are informed about the changes made by the SICADA administration.



Document ID  
1920891, (2.0 Approved)

Security class  
Public

Page  
5(18)

Notes; Quality assurance - LOT meeting 3

## Interpretation of LOT corrosion analysis and test conditions

### 5. Corrosion - function of time

What can be said about the extent of copper corrosion in the LOT test as a function of time considering all available data? Are there clear causes for variability apart from the apparent dependence on temperature? Could there be non-quantifiable causes for variation related to the design of the experiments and, if so, which are expected to be the most significant?

**SKB's reply/comment:** Corrosion on the warmest parts of the pipes was estimated to be of the order of 10  $\mu\text{m}$ , with a few  $\mu\text{m}$  deeper corrosion on the warmest parts of A3 (20 years) than for A2 (6 years). This is probably because  $\text{O}_2$ -induced corrosion proceeds beyond the depletion of  $\text{O}_2$  itself, since the intermediate oxidant Cu(II) prevails on much longer time scales (King et al. 2010, King and Kolář, 2019). However, it can not be excluded that the available amount of  $\text{O}_2$  differed between the test parcels. On the colder parts of the pipes, there was no significant difference between the A2 and A3 parcels.

For the coupons, gravimetric data is available from several test parcels and corrosion could be quantified with standardised methods. Two observations may be noted regarding variability;

- 1) The corrosion depths varied from 0.6 to 4.7  $\mu\text{m}$  and were highest in the 1-year parcels (A0 and S1), intermediate in the 6-year parcel (A2) and lowest in the 20-year parcels (S2 and A3). The corrosion was thus inversely proportional with time, and correlation of measured corrosion depths (mass-loss) with temperature was very weak, indicating that there were other factors than time and temperature that controlled the corrosion in these experiments.
- 2) In the test parcel ABM 5 (another Äspö bentonite experiment, very similar to LOT), the variation in corrosion depth by mass-loss was 2.3 to 5  $\mu\text{m}$  (Gordon et al. 2018), despite the fact that all specimens had the same temperature (ca 80 °C) and were exposed for the same time (5 years). It is not known exactly what causes this variability in LOT and ABM (within and between test parcels), but the most reasonable explanation is considered to be heterogeneous distribution or transport of  $\text{O}_2$  and/or heterogeneous resaturation of the bentonite clay. When comparing the LOT and ABM test parcels it should be noted that the water supply systems were different. Concerning the different LOT parcels the natural flow from the boreholes may have contributed to spatial variations in the saturation process. Variations in the initial surface conditions of the copper specimens, especially for the pipes, can not be disregarded, e.g. regarding roughness and/or the initial oxide layer.

**Discussion:** It was discussed how the temperature gradient along the copper pipe and the gap between the bentonite and the pipe affects the results. Considering the gradient, the corrosion rates on the warmer parts would in the LOT case be overestimated and underestimated for the cooler parts. The coupons were imbedded from start (no gap) and there was no artificial temperature gradient and these effects can thus not be directly compared.

The general decrease of integrated corrosion rates between A2 and A3 (and S2) was discussed with reference to the report Johansson et al. (2014).

If there are other oxygen consuming processes in the experiment, such as microbial activity, was discussed. The conditions in the LOT experiment were not favourable for the microbes due to initial unsaturated conditions (low water content) and later high temperature and density so the oxygen consumption from bacteria should be considered low. This is further discussed in Issue 8.



Document ID  
1920891, (2.0 Approved)

Security class  
Public

Page  
8(18)

Notes; Quality assurance - LOT meeting 3

## 6. Corrosion - highest temperatures

SKB has not measured the extent of corrosion on the part of the copper tube exposed to the highest temperatures. Why? What could be expected if these tube sections were analysed?

**SKB's reply/comment:** The corrosion of the warmest parts of the copper pipes has been measured based on the estimated concentration of copper in the bentonite (e.g. in block 9 and 11 for A3, see Table 3-19 in Johansson et al. 2020). Examination of the pipe surfaces was done for the pipes in blocks 21-23, since these were carefully handled during extraction of the coupons contained within the same bentonite blocks, in order to avoid damaging (scratching) the surfaces.

It may be noted that the temperature at the pipe surfaces examined metallographically was 70-80 °C for A3, which is not far from the peak temperature of 95 °C for any copper canister in the KBS-3 repository. On the other hand, the maximum temperature in A3 was 120 °C, which is higher than what is relevant for the canister in the repository. Initially, the canister surface in the repository will be ca 50 °C and it will take about a decade to reach the maximum temperature (95 °C) after which the temperature decreases slowly.

It is possible that the warmest part of the A3 pipe could be rougher or have slightly deeper pits than the examined part (depending on how the extent of these pits is influenced by corrosion). However, it should be noted that the deepest pits found on the pipe in A3 were only 25 µm, while the expected range of pit-depths during initially oxidising conditions in the KBS-3 repository would be up to a few hundred µm, and with a low probability of pits even up to ca 1 mm (Briggs et al. 2020). Pipe material from LOT S2 and A3 has been saved for the possibility of further metallographic examination. It is, however, unlikely that the confirmation of deeper pits on the warmest parts of the pipe in A3 would change any conclusions regarding localised corrosion under the initially oxidising conditions of the repository.

## 7. Copper in bentonite - XRF

Do the bentonite copper content measurements by XRF provide an accurate measure of the local extent of corrosion on the copper tube? Would consideration of corrosion products left on the copper tube significantly affect the results?

**SKB's reply/comment:** The estimate from the XRF analysis of clay near the coupons showed that the mass of copper found in the bentonite clay was in the range 0.011-0.018 g. This is not far from the mass-losses of the coupons which were in the range 0.009-0.024 g, and which correspond to corrosion depths of 0.6-1.3 µm. The "error" in this comparison would be the adherent corrosion products which are included in the gravimetric analysis but not in the Cu in clay analysis. However, the oxide films on the coupons were generally very thin, typically around 1 µm, at some positions less, and locally sometimes up to a few µm (see e.g. Fig 4-2 and Fig B-38 in Johansson et al. 2020). There was no apparent difference in oxide films on the coupons A3/K (50 °C) and S2/N (30 °C), as seen in the micrographs in Appendix B. It may be further noted that there was no obvious difference in the thickness of adherent corrosion products on the examined pipe samples (Appendices F and G in Johansson et al. 2020). Some micrographs show adherent layers of bentonite (high Si), while corrosion products were typically around 1 µm thick, sometimes less and locally sometimes more corrosion products in or near pits or surface defects. This was despite the fact that the temperature was higher in A3 (70-80 °C) than in S2 (50-60 °C), and despite the fact that both lighter and darker areas were examined for each test parcel (Figure G1-G5 in TR-20-14).

Laboratory studies in the Canadian program have shown that the estimate of corrosion from copper content in the clay, sometimes need to be multiplied by a factor to match gravimetric results. This factor has been estimated to range from 1 to 19 in the different experiments made





Document ID  
1920891, (2.0 Approved)

Security class  
Public

Page  
7(18)

Notes: Quality assurance - LOT meeting 3

(Litke et al. 1992, King et al. 1997). While the experiments in Litke et al. (1992) used a 50:50 sand-bentonite mixture and had an initial  $O_2$  inventory of ca 30 mol/m<sup>2</sup> copper area, the experiments in King et al. (1997) used compacted bentonite without sand and had less than 1 mol/m<sup>2</sup> copper, which is closer to the initial conditions in LOT. The factors derived in the study by King et al. (1997) varied in most cases within the range 1-1.7. The fact that many of these values were close to 1 is in agreement with the general picture from LOT in which the adherent oxide film was mostly very thin.

**Discussion:** It was discussed that the available amount of  $O_2$  is important for the thickness of the oxide film. SKB has discussed the Canadian experiments with one of the authors and it was noted that in the study by Litke et al. (1992), the copper surfaces in many cases had an appearance with thick deposits of blue-green corrosion products, while the copper surfaces in King et al. (1997) appeared more similar to the copper surfaces in LOT.

It was also discussed that the steep copper profile in the bentonite clay is indicative of Cu(II) being adsorbed. This is discussed in the Canadian studies cited and further references therein. SSM brought up a discussion about the form of copper in the clay and mentioned that ion exchange between copper ions and Na and Ca in the bentonite is known to occur. The possibility of complexation was also mentioned by SSM.

#### 8. Oxygen consumption - microbes

It has been claimed in the LOT context that the initial oxygen content available during the LOT-experiments was rapidly consumed by microbial processes before the oxygen had a chance to react with the copper. What is SKB's position regarding this claim? What knowledge can be gained from SKB's other experiments regarding microbial oxygen consumption, pyrite oxidation and other reactions in bentonite clay?

**SKB's reply/comment:** The bentonite clay in LOT was initially cold and unsaturated, conditions under which microbial  $O_2$  consumption is very inefficient (Birgersson and Goudarzi 2018, Giroud et al. 2018). When the heaters were turned on the temperature of the copper surface increased rapidly from rock temperature to ca 40 °C and then continued to increase. As indicated by laboratory studies, copper corrosion under aerobic conditions and temperatures 50-80 °C can occur rather rapidly (Litke et al. 1992, King et al. 1997). This supports the view that  $O_2$  may have been consumed by corrosion before the microbial consumption started. Oxidation of pyrite is not significant at rock temperature but is known to occur at 55 °C. The occurrence of pyrite oxidation would however be difficult to confirm, which is further discussed in the reply to Q9.

**Discussion:** The activation energy for the oxidation of pyrite was discussed and that there is a temperature effect on pyrite oxidation. Different corrosion experiments were also discussed, and whether any of the experiments have measured the corrosion that occurs at a very early stage. SKB mentioned that the Canadian studies cited in the response to Q7 measured corrosion already after one month, and depending on the conditions they sometimes measured rather high corrosion rates on this short timescale, as compared with the rates measured after several months or years in the same experiments. This shows that the initial corrosion may occur much more rapid than the integrated corrosion rates measured for longer exposures.

SKB has started two new experimental studies in order to improve the detailed description of corrosion during the very early stage. One of the experiments is a small scale laboratory test conducted at a lab in the UK. The aim of this experiment is to measure of corrosion at different stages during the depletion of  $O_2$ . The second is a medium scale test conducted at the Äspö HRL and aims to follow the development of the gas-phase composition in a setup with copper and



Document ID  
1920891, (2.0 Approved)

Security class  
Public

Page  
8(18)

Notes; Quality assurance - LOT meeting 3

unsaturated bentonite clay. Both experiments will focus on unsaturated conditions. The UK experiment is expected to finish during 2022. The first part of the Äspö experiment will be reported during 2021.

It was discussed if other studies made, for instance on corrosion on copper roofs, could give more information on the early corrosion. SKB pointed out that such studies differ from repository conditions in several ways, for example regarding the availability of O<sub>2</sub>, the chemical composition of rain water due to atmospheric pollutants, and temperature. It was further noted that in studies of such objects as for example copper roofs, corrosion is seldomly measured on shorter timescales.

#### Additional information after the meeting:

It may be noted that the first sentence in SKBs reply to Q8 was a bit unprecise. Neither of the cited studies (Birgersson and Goudarzi 2018, Giroud et al. 2018) concerned microbial effects in the clay so it should rather be said that any type of O<sub>2</sub> consumption was inefficient under the unsaturated conditions of the experiments. Concerning LOT, microbial activity is not expected to have occurred, initially due to the unsaturated conditions (see for example SKB TR-20-08), and later due to the high clay density and high temperature.

Regarding the studies of the composition of the gas-phase cited in the reply to Q8, it may be appropriate to clarify what was actually observed. The study by Giroud et al. (2018) reported on experiments where open glass vials were filled with granulated bentonite and placed into stainless-steel bottles, subsequently sealed and airtight. All bottles were kept at laboratory temperature of ca 23 °C. The partial pressure of O<sub>2</sub> decreased by a few percent over a time period of 15 days, however, the same pressure drop was seen also for inert gases like N<sub>2</sub> and Ar, and the results were therefore interpreted as sorption rather than a reaction. Similarly, Birgersson and Goudarzi (2018) reported on a test that was conducted in isothermal (room temperature or 50 °C), isolated conditions, and involved only bentonite pellets. The test showed no noticeable O<sub>2</sub> consumption at room temperature and very little at 50 °C over a period of 1 year. These studies show that, although inorganic reactions may consume O<sub>2</sub> trapped in bentonite clay under some conditions, the reactions are slow at low temperatures, at least for an unsaturated conditions.

#### 9. Oxygen consumption - other processes

If all the oxygen was not consumed in the experiment, could a certain fraction of the available oxygen have been consumed by processes other than copper corrosion? If so what is an approximate estimate of this fraction? Is there a formation of sulphate which could indicate pyrite oxidation?

SKB's reply/comment: Formation of sulphate from pyrite oxidation is likely to occur, however a bit difficult to verify, as the bentonite originally also includes gypsum (Ca-sulphate) and the sulphate moves in the bentonite, typically towards the central heater. Possibly the total sulphate content could be measured. Another strategy could be to look for disappearance of pyrite in XRD, however this is not trivial as the pyrite content is low already at the start. In Callovo-oxfordian (COX) clay, which is a clay stone rich in pyrite, signs of pyrite oxidation in the field experiment ABM1 was observed based on increasing Fe(III)/Fe(II) ratio, however this was not studied in detail as it was not the purpose of the study (Svensson and Hansen, 2013).

#### 10. Availability of oxygen

Could there have been a slow leakage of oxygen from the tunnel through seals, fractures in the rock, the EDZ, through holes next to cables and pipes etc.? (Onset of reducing conditions does not *per se* exclude in-leakage if the prevailing redox reactions consuming oxygen are reasonably well buffered).



Document ID  
1920891, (2.0 Approved)

Security class  
Public

Page  
9(18)

Notes: Quality assurance - LOT meeting 3

**SKB's reply/comment:** The weld between the bottom plate and pipe was pressure tested with He gas before the experiments were installed (Sandén and Nilsson, 2020). It seems unlikely that significant leakage could have occurred through concrete and clay, however, considering the large number of cables going through the concrete and around the test parcels it can not be completely excluded that some leakage could have occurred.

**Discussion:** The importance of cables was discussed for the different experiments in order to better understand the potential for leaking of oxygen for the different experiments. The experiments FEBEX (Nagra) and Prototype (SKB) have a fairly large number of cables going through the clay system and have shown that leakage of O<sub>2</sub> may be difficult to avoid on the scale of the experiments. The LOT experiment has fewer cables installed but SKB cannot definitely rule out that leakage of oxygen took place. SSM pointed out that a slow in-leakage of O<sub>2</sub> would generally be difficult to detect if there are processes (like for example corrosion) that consumes O<sub>2</sub> and keeps the concentration within the experiment low. In a situation in which the consumption rate of O<sub>2</sub> is more rapid than the supply by mass transfer, a scenario which cannot be ruled out for the case of LOT, the O<sub>2</sub> concentration could in principle not only be low but be close to zero. Such slow mass transfer could still have some relevance on time-scales of several years.

#### 11. Added groundwater - influence on oxygen

Could groundwater added to the LOT experiments have consumed oxygen through its reducing capacity? Is there knowledge of the reducing capacity of this groundwater (e.g. Fe(II) content)? If so how could addition of groundwater have affected the oxygen content available for copper corrosion?

**SKB's reply/comment:** The Fe(II) concentration of the groundwater that is supplied to LOT is low (around 70 ppb). Since the exchange of groundwater with the LOT-packages is limited the Fe(II) can be assumed to have negligible effect on the oxygen consumption.

**Discussion:** SSM mentioned that one way to determine if Fe(II) have been oxidised during the experiments would be to look for ferric precipitates, since Fe(III) would be very insoluble under the prevailing conditions. Other reducing agents mentioned and deemed to be less important were dissolved manganese and hydrogen sulphide. It was concluded that Fe(II) should control the redox potential of the groundwater.

The water filling procedure was shortly discussed and it was clarified that no pumps were used, see issue 12 below.

#### 12. Water filling procedure

Were all slots and gaps completely filled with groundwater at the onset of the experiments (i.e. when the heaters were switched on)? For how long were the slots and gaps open? What was the pathway for water to enter the gaps (i.e. from titanium tubes and rock)? What is known about the groundwater inflow rates in the "deposition holes"? Is it possible to identify any water conducting feature in spite of the drilling near the holes?

**SKB's reply/comment:** The (natural) water inflow rates were measured at different depths in the bore holes for the LOT test parcels. The general conclusions from the pilot hole characterization program were that the water inflow was low, and that the water inlet points were few in all holes (therefore it was decided to use groundwater from the nearby hole, see below). The average water inflow to the borehole where test parcel S2 should be installed was ca 1 ml/min, which is nearly two orders of magnitude higher than for the other boreholes (Table 2-1 in Sandén and Nilsson 2020).



Document ID  
1920891, (2.0 Approved)

Security class  
Public

Page  
10(18)

Notes; Quality assurance - LOT meeting 3

Before the start of the heaters and the water filling procedure, the Ti-tubes were open to the Äspö tunnel for ca 4 months in the S2 and A3 test parcels (Table 3-1 in Sandén and Nilsson 2020).

After installation of the test parcels in the holes, there was a remaining air-filled gap between bentonite blocks and rock surface with a width of 10 mm, and another air-filled gap between bentonite blocks and the central copper tube with a width of ca 1 mm. These gaps were slowly water filled (on February 2, 2000) in parallel with the onset of heating. The filling was made with groundwater from the adjacent borehole (HG0038B01) by use of the fixed installed Ti-tube and bottom filter placed in the sand below the parcel and close to the rock wall. The valve connected to the bottom filter was closed at the time when the groundwater had reached the uppermost filter (filter in block 32), which until then was open to the Äspö tunnel. This filter was then instead connected to the groundwater supply. This inflow point is assessed to simulate a point inflow from a water bearing fracture in the rock. The test parcels have had access to pressurised water from this point inflow during the entire test duration.

**Discussion:** It was discussed what determines the time to reach full saturation in the LOT experiments and that the high temperature at the pipe surface is an important factor. It was also discussed that the period before contact is established between the bentonite and the copper pipe surface could be important in the description of the development of corrosion in LOT.

In connection to Q10 it was discussed whether it is possible that leakage of air could have occurred through fractures connected to the tunnel floor. SKB can not definitely exclude the possibility.

SSM made the point that there could be residual oxygen in bentonite and sand even after saturation that could diffuse to the copper surface.

SSM mentioned that the plugs in deposition tunnels may be a source of oxygen leakage during construction of the repository and this has been evaluated in one of the complementary investigations made by SKB after SR-Site

### 13. Water inflows in the LOT boreholes

Are there known differences between the LOT holes regarding water inflow and saturation? What is the time scale of full resaturation and is there an appreciable variability between the holes?

**SKB's reply/comment:** The natural flow was described in the reply to Q12. Reaching full saturation and swelling pressure of the bentonite clay generally took years. For blocks 8 and 14 in LOT A3, near the hottest part of the copper pipe, the process was particularly slow, taking 4 – 6 years to reach the final pressure (Sandén and Nilsson 2020). This can be compared with LOT A2, in which the saturation in blocks 8 and 14 took less than two years (Karlund et al. 2009).

**Discussion:** It was discussed if the slow resaturation of the bentonite near the warmest part of the copper pipe can result in the higher extent of corrosion there compared with the colder regions. The high temperature does not only influence the rate of O<sub>2</sub> consumption by corrosion, but may also keep the initial gap between copper and bentonite clay open for a longer time due to dryer conditions and thus slower resaturation, as compared with colder areas. It was concluded that it is plausible that both these effects of higher temperature have contributed to the distribution of corrosion over the copper surfaces in LOT.

## SKB's position with respect to copper corrosion and alternative interpretations



Document ID  
1920891, (2.0 Approved)

Security class  
Public

Page  
11(18)

Notes; Quality assurance - LOT meeting 3

#### 14. Corrosion kinetics

At what point does the oxic corrosion of copper become diffusion controlled due to the formation of corrosion products? Is diffusion control of relevance (or mixed kinetics) as a rate limit for the initial phase of LOT with oxic corrosion?

**SKB's reply/comment:** Diffusion control could mean either anodic diffusion control (i.e. the diffusion of either copper cations across a passive  $\text{Cu}_2\text{O}$  film or of dissolved  $\text{Cu(I)}$  diffusing in the buffer pore water) or cathodic diffusion control (i.e. diffusion of  $\text{O}_2$  either through the buffer or across a precipitated corrosion product layer). Different experiments have indicated different types of diffusion control. For example, measurements of the depletion of  $\text{O}_2$  with time in King et al. (1997) clearly indicated diffusion-limited  $\text{O}_2$  consumption, which suggests that the cathodic reaction is diffusion controlled. In that study, the limiting step was probably diffusion through the buffer, rather than through a thin corrosion product film, as the buffer was compacted in situ (i.e. there were no air-filled gaps). On the other hand, anodic transport control may have been possible in Litke et al. (1992) because of the high amounts of  $\text{O}_2$  in the tests. While the experiments in King et al. (1997) may be applicable to the coupons in LOT, the situation for the copper pipes in LOT is more complicated due to the fact that air-filled gaps may have been present initially and when these had been depleted of  $\text{O}_2$ , the oxidant,  $\text{O}_2$  or  $\text{Cu(II)}$ , was only available by diffusion through the bentonite clay.

**Discussion:** The extent of different initial phases were discussed. The corrosion of the pipe surfaces may initially have been under kinetic control, while a similar initial phase for the coupons may have been much shorter (diffusion control is likely to have been rate limiting for a comparatively longer duration), since these were embedded in bentonite clay from the start. This is probably an important difference for the comparison of corrosion between pipes and coupons, although temperature variations were also important.

#### 15. Corrosion - temperature dependence

What is the temperature dependence of copper corrosion rate for the relatively unexposed copper surfaces put in the LOT experiment (activation energy)?

**SKB's reply/comment:** For the copper coupons, the correlation of corrosion depth (or rate) with temperature was very weak. This may reflect that the corrosion was controlled by diffusion through the clay. However, it must also be noted that the temperature did not differ as much between the coupons as for the pipes. For the copper pipes, there was a clear temperature effect on the measured corrosion depths (and thus on the integrated corrosion rates) as shown in Figure 4-1 in Johansson et al. (2020). Since the integrated corrosion rates are determined for a very long period of time (20 years) during which the corrosion process goes through different mechanistic phases ( $\text{O}_2$ ,  $\text{Cu(II)}$ , sulphide) with different kinetics, it is unclear what a detailed kinetic analysis of activation energies based on integrated rates would mean.

**Discussion:** It was discussed if there are publications on reaction rates for oxygen and copper. SKB replied that there are such papers in the general scientific literature, see for example King et al. 1995 and references therein. SKB mentioned that the reports cited in response to Q7 contain kinetic data for  $\text{O}_2$  induced corrosion of copper at a copper/bentonite interface.

#### 16. Corrosion in sand

What are the differences in between corrosion of copper in sand and in bentonite (of relevance for interpretation of corrosion on the tube bottom plate)?



Document ID  
1920891, (2.0 Approved)

Security class  
Public

Page  
12(18)

Notes; Quality assurance - LOT meeting 3

**SKB's reply/comment:** This has not been investigated, since sand is not a material that will be used in the KBS-3 repository, it was only used in the specific LOT experiments. The verification of solid Cu(II) corrosion products adherent to the bottom plate, but not on other copper surfaces in LOT, may be due to ion exchange between corrosion products and bentonite clay, which does not occur with sand.

**Discussion:** It was discussed how the contact with bentonite clay allows ion-exchange between corrosion products and the clay, which is not possible with sand. This could be an explanation for the accumulation of Cu(II) corrosion products that was observed on the bottom plates but not on any surfaces in contact with bentonite clay. SSM noted that evaporation at the warm copper surface may be important for the formation of chloride containing corrosion products. SKB pointed out that one circumstance that may be of importance is that one of the Ti-tubes ran out in the sand just below the bottom plate. It is not known if Cu(II) corrosion products were formed under the bottom plates of earlier test parcels, e.g. A2, but in general the appearance of the pipe in A2 resembled the pipes in S2 and A3. In A2, small amounts of the solid Cu(II) phase paratacamite were found on one of the coupons. This has not been found on the coupons in S2 or A3. SSM also made the point that there is a great deal of uncertainty about the saturation process but the sand beneath the bottom plates would have saturated quickly. SKB agreed in general but notes that this depends on how fast water reached the sand in the deep bottom hole.

#### 17. Corrosion kinetics, oxic-anoxic conditions

It has been claimed in the LOT context that corrosion of copper will not slowdown in response to a shift between oxic and anoxic conditions. What is SKB's position on that?

**SKB's reply/comment:** Experimentally, it has not been possible to distinguish the time dependence of the corrosion rate in the presence of O<sub>2</sub> versus the presence only of Cu(II), although the latter phase is expected to be longer (King et al. 2010). However, when O<sub>2</sub> has been depleted and the resulting Cu(II) intermediate has reacted, the only oxidant available in the deep ground water environment is sulphide, for which transport limitations will control the long-term corrosion rate. The integrated corrosion rates that can be calculated from corrosion depths obtained from copper coupons and pipes in the LOT series, clearly indicate that the integrated rate is decreasing with time. This is discussed in sections 4.2.1 and 4.2.2 in Johansson et al. (2020). As regards the possibility of corrosion of copper in pure, O<sub>2</sub>-free water, it is SKB's clear position that this process occurs to an extent that is compatible with established thermodynamic data, which is completely negligible in the LOT context, see further Hedin et al. 2018 and SKB 2019, Chapter 4.

#### 18. Corrosion products, oxic-anoxic conditions

It has been claimed in the LOT context that the formation of the main detected corrosion product cuprite (Cu<sub>2</sub>O) in LOT A2 and S2, and also other typical corrosion products in similar experiments (malachite Cu<sub>2</sub>(CO<sub>3</sub>)(OH)<sub>2</sub>, para-atacamite Cu<sub>2</sub>Cl(OH)<sub>2</sub>) may be related to anoxic conditions. What is SKB's position regarding this issue? What are SKB's key arguments? Has knowledge of the thermodynamic properties of these phases been utilized to address such issues?

**SKB's reply/comment:** In order to form corrosion products, in such amounts to precipitate solid phases, some other oxidising species than water is needed (the dissolved copper oxidised by water is negligible; Hedin et al. 2018, SKB 2019). For this evaluation thermodynamic data is used to investigate what phases that can form under different conditions. For example, the copper oxide corrosion product Cu<sub>2</sub>O is formed under conditions where the redox potential  $E_h > 0 \text{ V SHE}$  (at 25 °C, for pH up to 8, and a total copper concentration in solution of 10<sup>-6</sup> M). To form Cu(II) solid phases even higher potentials are required. This can be seen from Pourbaix diagrams (Puigdomenech and Taxén 2000), but can also be evaluated with more detailed speciation



Document ID  
1920891, (2.0 Approved)

Security class  
Public

Page  
13(18)

Notes: Quality assurance - LOT meeting 3

calculations, that has been done e.g. for corrosion in high chloride concentrations (Lilja et al. 2021), still using the same type of thermodynamic data. The claims that the solid corrosion products are related to anoxic conditions, may depend on the used definition of “anoxic conditions”. For the LOT experiment (as well as in the bentonite buffer in the repository) the redox potential would be determined most probably by iron compounds and be in the range of that in groundwater (around  $-0.2$  V; SKB 2011), when all  $O_2$  is consumed. Such potentials are not compatible with formation of either copper oxides or paratacamite (or malachite). The observation of oxides and paratacamite in LOT is though consistent with thermodynamic data for the initial conditions with  $O_2$  (high Eh). (Malachite would be formed with a water composition with slightly lower chloride concentration and higher carbonate concentration.) Even if the development of reducing conditions does not support formation of e.g. paratacamite, this does not exclude that compounds already formed may remain kinetically stable also during reducing conditions.

**Discussion:** Regarding the terminology, SSM asked if the groundwater redox potential of  $-0.2$  V (SHE) should be described as anoxic, reducing or if both descriptions are plausible. It is SKB's understanding that the terminology is not strictly defined and that both the terms anoxic and reducing could be used to describe the groundwater environment.

The thermodynamic and/or kinetic stability of different corrosion products formed in the presence of  $O_2$ , such as  $Cu_2O$ ,  $CuOH$ ,  $Cu(OH)_2$  and  $Cu_2Cl(OH)_3$ , was discussed, for conditions under initial depletion of  $O_2$ , as well as for the long-term sulphidic repository environment. SSM has also pointed out, to which SKB agrees, that it is possible that the prolonged presence of solid phases normally associated with oxidising conditions (such as paratacamite) could be due to slow dissolution kinetics in combination with slow mass transfer, rather than kinetic stability for the conditions and time scale of these experiments. In this context there was also a discussion about thermodynamic stability of cuprite together with copper both in the presence and absence of other redox affecting species such as hydrogen gas and dissolved hydrogen sulphide.

SSM asked whether SKB could provide a reference for thermodynamic data on paratacamite, a polymorph of  $Cu_2Cl(OH)_3$ , which has been identified in field tests such as LOT. SKB replied that such data were applied for thermodynamic calculations underlying the safety assessment SR-Site (Puigdomenech and Taxén 2000).

**Additional information after the meeting:**

Since the meeting, SKB has looked into the data used in Puigdomenech and Taxén (2000) and a few things needs to be clarified. First of all, the data applied in Puigdomenech and Taxén (2000) was for atacamite, which is a different polymorph of  $Cu_2Cl(OH)_3$ . It is noted that SKB has not always been strictly consistent or precise when referring to the polymorphs of  $Cu_2Cl(OH)_3$ , as is also the case for older literature. Further, naturally found paratacamite often contains some zinc. However, as discussed by Pollard et al. (1989) the  $\Delta G^{\circ}_f$  (Gibbs free energy of formation) values for the three polymorphs of  $Cu_2Cl(OH)_3$  are very close, with paratacamite being the most stable, closely followed by atacamite, and botallakite being the least stable of the three (there is a also other crystallographic variants, like clinoatacamite, Jambor et al. 1996). The difference in  $\Delta G^{\circ}_f$  between paratacamite and atacamite given by Pollard et al. (1989) was less than 7 kJ/mol and in the same paper, comparison was made with earlier studies showing the same trend in the relative thermodynamics of the polymorphs. The value for  $\Delta G^{\circ}_f$  assigned to atacamite in Puigdomenech and Taxén (2000), lies within the range of values for atacamite and paratacamite given in other studies (Woods and Garrells, 1986). The subtle differences between the  $\Delta G^{\circ}_f$  values reported for the polymorphs of the  $Cu_2Cl(OH)_3$  does not change the stability area to any noticeable extent. It has thus no implication for the interpretation of the observation of  $Cu_2Cl(OH)_3$  in LOT or the thermodynamic evaluation of corrosion products to be expected in the spent fuel repository.



Document ID  
1920891, (2.0 Approved)

Security class  
Public

Page  
14(18)

Notes: Quality assurance - LOT meeting 3

The structure, thermodynamics, and chemical stability of the CuOH phase mentioned above, has been studied experimentally as well as by theoretical methods, see further Soroka et al. 2013 and Korzhavyi et al. 2012.

#### 19. Corrosion products- Cu(II) phases

In King's review, a presence of Cu(II)-phases is suggested. According to established knowledge, ordinary copper corrosion in an oxic environment involves formation of a double-layer of  $\text{Cu}_2\text{O}$  and CuO on top of the metal, with the monovalent oxide forming closest to the metal surface. To what extent does the presence of the buffer affect these reactions? What is the significance of an absence or presence of Cu(II)-phases for the interpretation of LOT? It has been claimed in the LOT context that a lack of Cu(II) suggests that corrosion has been anoxic. What is SKB's position on this issue?

**SKB's reply/comment:** As elaborated on in the answer to Q18, the oxidation state of corrosion products, more oxidising conditions (more positive Eh) supports the formation of Cu(II) compounds (e.g. CuO in fresh water or paratacamite,  $\text{Cu}_2(\text{OH})_3\text{Cl}$ , in chloride-rich groundwater), while less oxidising conditions (less positive Eh) results in the formation of Cu(I) corrosion products (e.g.  $\text{Cu}_2\text{O}$  or  $\text{CuCl}_2$ ). In aerobic systems, it is common to get a bilayer structure with a Cu(II) phase on top of  $\text{Cu}_2\text{O}$ , and this was found in the copper-bentonite experiments in both Litke et al. (1992) and King et al. (1997). The bentonite tends to adsorb the Cu(II) and, hence, lower the tendency for Cu(II) precipitation at the copper surface. In Litke et al. (1992) the initial  $[\text{O}_2]$  was high ( $30 \text{ mol/m}^2 \text{ Cu}$ ) and the average corrosion depth was ca  $40 \mu\text{m}$ , and precipitated Cu(II) was clearly visible as blue-green corrosion products. In King et al. (1997), the initial  $[\text{O}_2]$  was lower ( $<1 \text{ mol/m}^2 \text{ Cu}$ ) and the fraction of Cu(II) in the corrosion product was in the range 1-56%, while the steep copper profiles in the bentonite clay adjacent to the copper surfaces implied the presence of Cu(II) adsorbed in the clay. LOT seems to be more similar to King et al. (1997), i.e. no visible adherent Cu(II) products but steep Cu profiles in the adjacent bentonite clay. See also answer to Q16.

#### 20. Hydrogen embrittlement

One of key issues raised by the Swedish Land and Environment Court is hydrogen embrittlement of copper. Are there any results of relevance to this issue for the LOT S2 and A3 phases?

**SKB's reply/comment:** Analysis of hydrogen levels in the copper pipes from LOT S2 and A3 (section 3.4.2 in Johansson et al. 2020), shows that hydrogen is only present in or near the surface of the material, which is also where corrosion products and bentonite deposits are present. Comparison of bulk levels of hydrogen of the S2 and A3 pipes with a reference pipe showed very low levels of hydrogen and no significant difference between the pipes. Having said this, it may be noted that the only process which could hypothetically lead to hydrogen uptake by copper under the conditions in LOT, is the long-term corrosion by sulphide ( $\text{H}_2\text{S}/\text{HS}^-$ ), and as is evident from the results in Johansson et al (2020), the extent of sulphide corrosion in LOT was very limited.

**Discussion:** The form of hydrogen in the surface deposits was discussed. The role of hydroxide groups and water associated with bentonite deposits and corrosion products was discussed, as well as the amount of adsorbed water on particles and surface deposits. SKB mentioned that results similar to LOT have been obtained in a Round-Robin study of the performance of the Leco method for hydrogen measurements on uncorroded copper specimens (Granfors 2017).

#### 21. FEBEX - LOT

Are there any key findings from the FEBEX experiments that are of relevance for the interpretation of the LOT results?





Document ID  
1920891, (2.0 Approved)

Security class  
Public

Page  
15(18)

Notes; Quality assurance - LOT meeting 3

**SKB's reply/comment:** The results from FEBEX are regarded as part of the general scientific knowledge of copper corrosion under early repository conditions dominated by O<sub>2</sub>-induced corrosion (Wersin and Kober 2017). The results, e.g. regarding corrosion products and corrosion morphology, are discussed in Johansson et al. (2020) and will be integrated in the safety assessment PSAR for the spent fuel repository.

A few detailed results may be worth mentioning in this context. The mass-loss of the FEBEX coupon 4A2 corresponded to an average corrosion depth of 8.5 µm, while the deepest pit observed on the FEBEX coupon 4A1 was ca 90 µm. These numbers are both larger than the corresponding values for the coupons in LOT, which may be due to a combination of higher temperature, larger clay volume (more O<sub>2</sub>) and an extended oxic period in FEBEX as compared with LOT. It may be noted that FEBEX differed from LOT in several aspects, for example there was no sulphur on the coupons in FEBEX (while low levels of sulphur were found on all copper surfaces in LOT), there were clear signs of blue-green Cu(II) corrosion products on the coupons in FEBEX (not present generally in LOT S2 or A3), and FEBEX is thought to have had a longer oxic period initially (possibly due to leakage from the tunnel).

## Concluding remarks by SKB

In the context of the above questions from SSM, SKB would like to make the following summarizing points regarding the interpretation of copper corrosion in the LOT series:

### *Purpose with the LOT experiment*

- Since the LOT experiments were designed with the purpose to study the behavior of bentonite clay under repository-like conditions, the experiments can only give limited information about copper corrosion. In order to be clear about this, a number of limitations of LOT, if considered as a corrosion experiment, are discussed in Section 1.5 in Johansson et al. (2020).
- There is no information available concerning the initial development of redox conditions in the LOT experiments, and, consequently, the development of the corrosion process can not be described in detail.

### *Oxygen consumption*

- There is a large uncertainty considering the amount of O<sub>2</sub> (from air) that has been available for corrosion.
- It is considered likely that the copper pipe surfaces consumed a large fraction of the initially available O<sub>2</sub> when the heaters were turned on and during the following months during which the temperature of the pipes increased from 40 °C to 90 °C or higher.
- It is considered likely that the copper pipes consumed most of the O<sub>2</sub> in the unsaturated clay system faster than chemical processes in the clay (e.g. oxidation of pyrite) since the copper surface had a higher temperature than the outer parts of the bentonite blocks.
- Microbial consumption of O<sub>2</sub> is not regarded as efficient in unsaturated bentonite clay.

### *Evaluation of corrosion*

- Since the roughness of the copper surfaces in LOT were not characterized prior to the experiments (one of the limitations of LOT if regarded as a corrosion experiment), localized corrosion can only be pessimistically evaluated by assuming that the topography observed is solely due to corrosion. However, even under that assumption, the observed pits are consistent with the expected corrosion morphology under initially oxidizing conditions in the repository.



Document ID  
1920891, (2.0 Approved)

Security class  
Public

Page  
16(18)

Notes; Quality assurance - LOT meeting 3

- Given the uncertainties due to the limitations of LOT as a corrosion experiment, the results are consistent with the conceptual corrosion model applied by SKB in the assessment of post-closure safety for the spent fuel repository.
- A group of researchers has suggested that copper corrodes in pure O<sub>2</sub>-free water, i.e. by reactions between copper and water molecules, to an extent that by far exceeds that predicted by established science and thermodynamic data (Hultquist et al. 2015). It is emphasized that this hypothesis can not be evaluated in a complex field test like LOT, in which air (O<sub>2</sub>) was initially available and since groundwater is not pure water. This hypothesis has instead been thoroughly evaluated in careful laboratory experiments, which have been published in the scientific literature, see further Hedin et al. 2017, 2018, Ottosson et al. 2017, and references therein.
- One of the observations made in LOT S2 and A3 was a slightly difference appearance and the formation of Cu(II) corrosion products under the bottom plates of the test parcels. This difference between the bottom plate and other copper surfaces in the test parcels is attributed to different reactivity at the copper-sand interface, as compared with the copper-bentonite interface. Since a copper-sand interface will not be present in a KBS-3 repository, these observations are not regarded as directly applicable to the assessment of copper corrosion in the spent fuel repository.
- The detailed evaluation of corrosion in SKBs safety assessment is based on numerous studies (laboratory experiments, models, and field tests) of different aspects of copper corrosion under repository conditions (radiation, O<sub>2</sub>, sulphide, microorganisms, groundwater etc) and is not dependent on a single experiment like LOT, especially since it was not designed for detailed studies of corrosion.

## References:

Birgersson M, Goudarzi R, 2018. Investigations of gas evolution in an unsaturated KBS-3 repository. SKB TR-18-11, Svensk Kärnbränslehantering AB.

Briggs S, Lilja C, King F, 2020. Probabilistic model for pitting of copper canisters. *Materials and Corrosion*. doi:10.1002/maco.202011784.

Granfors M, 2017. Round-robin of hydrogen content in copper determined by melt extraction and gas analysis. SKB R-17-15, Svensk Kärnbränslehantering AB.

Giroud N, Tomonaga Y, Wersin P, Briggs S, King F, Vogt T, Diomidis N, 2018. On the fate of oxygen in a spent fuel emplacement drift in Opalinus Clay. *Applied Geochemistry* 97, 270–278.

Gordon A, Pahverk H, Börjesson E, Johansson A J, 2018. Examination of copper corrosion specimens from ABM 45, package 5. SKB TR-18-17, Svensk Kärnbränslehantering AB.

Hedin A, Lilja C, Johansson A J, 2017. Copper corrosion in pure water – scientific and post-closure safety aspects. Proceedings of the 16th International High-Level Radioactive Waste Management Conference, Charlotte, NC, 9 – 13 April 2017. American Nuclear Society.

Hedin A, Johansson A J, Lilja C, Boman M, Berastegui P, Berger R, Ottosson M, 2018. Corrosion of copper in pure O<sub>2</sub>-free water? *Corrosion Science* 137, 1–12.

Hultquist G, Graham M J, Kodra O, Moisa S, Liu R, Bexell U, Smialek J L, 2015. Corrosion of copper in distilled water without O<sub>2</sub> and the detection of produced hydrogen. *Corrosion Science* 95, 162 – 167.



Document ID  
1920891, (2.0 Approved)

Security class  
Public

Page  
17(18)

Notes: Quality assurance - LOT meeting 3

Jambor J L, Dutrizac J E, Roberts A C, Grice J D, Szymański J T, 1996. Clinoatacamite, a new polymorph of  $\text{Cu}_2(\text{OH})_3\text{Cl}$ , and its relationship to paratacamite and "anarakite". *The Canadian Mineralogist* 34, 61-72.

Johansson A J, Svensson D, Gordon A, Pahverk H, Karlsson O, Brask J, Lundholm M, Malmström D, Gustavsson F, 2020. Corrosion of copper after 20 years exposure in the bentonite field tests LOT S2 and A3. SKB TR-20-14, Svensk Kärnbränslehantering AB.

Karnland O, Olsson S, Dueck A, Birgersson M, Nilsson U, Hernan-Håkansson T, Pedersen K, Nilsson S, Eriksen T, Rosborg B, 2009. Long term test of buffer material at the Äspö Hard Rock Laboratory, LOT project. Final report on the A2 test parcel. SKB TR-09-29, Svensk Kärnbränslehantering AB.

King F, Quinn M J, Litke C, 1995. Oxygen reduction on copper in neutral NaCl solution. *Journal of Electroanalytical Chemistry* 385 (1995) 45-55.

King F, Ryan S R, Litke C D, 1997. The corrosion of copper in compacted clay. AECL-11831, AECL, Canada.

King F, Lilja C, Pedersen K, Pikänen P, Vähänen M, 2010. An update of the state-of-the-art report on the corrosion of copper under expected conditions in a deep geologic repository. SKB TR-10-67, Svensk Kärnbränslehantering AB.

King F, Kolář M, 2019. Copper Sulfide Model (CSM). Model improvements, sensitivity analyses, and results from the Integrated Sulfide Project inter-model comparison exercise. SKB TR-18-08, Svensk Kärnbränslehantering AB.

Korzhevyy P A, Soroka I L, Isaev E I, Lilja C, Johansson B, 2012. Exploring monovalent copper compounds with oxygen and hydrogen. *PNAS* 109, 686 – 689.

Lilja C, King F, Puigdomenech I, Pastina B, 2021. Speciation of copper in high chloride concentrations, in the context of corrosion of copper canisters. *Materials and Corrosion*, 72, 293-299. <https://doi.org/10.1002/maco.202011778>

Litke C D, Ryan S R, King F, 1992. A mechanistic study of the uniform corrosion of copper in compacted clay and soil. AECL-10397, AECL, Canada.

Ottosson M, Boman M, Berastegui P, Andersson Y, Hahlin M, Korvela M, Rerger R, 2017. Copper in ultrapure water, a scientific issue under debate. *Corrosion Science* 122, 53 – 60.

Pollard A M, Thomas R G and Williams P A, 1989. Synthesis and stabilities of the basic copper(II) chlorides atacamite, paratacamite and botallackite. *Mineral. Mag.* 53, 557-563.

Puigdomenech I, Taxén C, 2000. Thermodynamic data for copper. Implications for the corrosion of copper under repository conditions. SKB TR-00-13, Svensk Kärnbränslehantering AB.

Sandén T, Nilsson U, 2020. Installation, monitoring, dismantling and initial analyzes of material from LOT test parcel S2 and A3. Results from field test. SKB TR-20-11, Svensk Kärnbränslehantering AB.

SKB 2011. SKB, 2011. Long-term safety for the final repository for spent nuclear fuel at Forsmark. Main report of the SR-Site project. SKB TR-11-01, Svensk Kärnbränslehantering AB



Document ID  
1920891, (2.0 Approved)

Security class  
Public

Page  
18(18)

Notes; Quality assurance - LOT meeting 3

**SKB, 2019.** Supplementary information on canister integrity issues. SKB TR-19-15, Svensk Kärnbränslehantering AB.

**Svensson P D and Hansen S, 2013.** Redox Chemistry in Two Iron-Bentonite Field Experiments at Äspö Hard Rock Laboratory, Sweden: An XRD and Fe K-Edge XANES Study. *Clays and Clay Minerals* 61(6). p.566-579.

**Soroka I L, Shchukarev A, Jonsson M, Tarakina N V, Korzhavyi P A, 2013.** Cuprous hydroxide in a solid form: does it exist? *Dalton Transactions* 42, 9585 – 9594.

**Wersin P, Kober F (eds), 2017.** FEBEX-DP. Metal corrosion and iron-bentonite interaction studies. Nagra Arbeitsbericht NAB 16-16, Nagra, Switzerland.

**Woods T L, Garrells R M, 1986.** Phase Relations of Some Cupric Hydroxy Minerals. *Economic Geology* 81, 1989-2007.



## Bilaga 3: Minnesanteckningar SSM:s besök vid RISE/Swerim



### Strålsäkerhetsmyndigheten

Swedish Radiation Safety Authority

#### Mötesanteckning

Datum: 2020-11-26  
Diariernr: SSM2020-5740  
Dokumentnr: SSM2020-5740-24  
Handläggare: Henrik Öberg  
Telefon: 08-799 40 91

## Anteckningar från besök på RISE/SWERIM med anledning av SSM:s granskning av SKB:s LOT-försök

Tid: 26 november 2020 kl. 13:00 – 15:30  
Plats: RISE, Isafjordsgatan 28 A, 164 40 Kista  
Deltagare från RISE: Andrew Gordon  
Deltagare från SKB: Johannes Johansson, Lotta Rubio-Lind  
Deltagare från SSM: Bo Strömberg, Henrik Öberg

### Dagordning

1. Intervju om RISE/SWERIM:s kvalitetssystem
2. Rundvandring i RISE/SWERIM laboratorier

#### 1. Intervju om RISE/SWERIM:s kvalitetssystem

Strålsäkerhetsmyndigheten (SSM) inledde besöket med att ställa frågor till RISE som representerades av Andrew Gordon (AG), gruppchef för enheten Infrastruktur och energi. SSM frågade om AG kunde ge en kort bakgrundsbeskrivning av RISE:s avdelning för korrosionsforskning. AG berättade att lokalerna i vilka laboratorierna finns delas av RISE och SWERIM, som fokuserar på metallforskning. Vidare beskrevs att RISE, som är ett oberoende statligt forskningsinstitut, tog 2018 över korrosionsforskningsdelen av Swerea KIMAB som var ett forskningsinstitut som bedrev både korrosions- och metallforskning. Hela RISE-koncernen består av ca 3000 medarbetare medan RISE:s korrosionsavdelning har ca 40 medarbetare i Kista och SWERIM ca 100 i Kista. SWERIM ägs i motsats till RISE i huvudsak av svensk industri med staten som en minoritetsägare. RISE har även ett dotterbolag för korrosionsforskning i Frankrike om ca 50 medarbetare. Ungefär 50 % av verksamheten inom korrosionsverksamheten består av kortare eller längre uppdrag från industrin och 50 % är forskning.

På fråga från SSM beskrev AG att korrosionsforskning som utförs med Svensk Kärnbränslehantering (SKB) som kund endast utgör en liten del av avdelningens samlade korrosionsforskning. Samarbetet har dock pågått i många år. AG beskrev vidare att korrosionsforskningsinstitutet är det enda i sitt slag i Sverige. På fråga från SSM om deltagande i internationella samarbeten och sammanhang betonade AG främst forskningsprojekt som utförs i samarbete med dotterbolaget i Frankrike. Ett internationellt pågående projekt som fokuserar på atmosfärisk korrosion nämndes också.

Strålsäkerhetsmyndigheten  
Swedish Radiation Safety Authority

SE-171 16 Stockholm  
Solna strandväg 98

Tel: +46 8 799 40 00  
Fax: +46 8 799 40 10

E-post: [registrator@ssm.se](mailto:registrator@ssm.se)  
Webb: [stralsakerhetsmyndigheten.se](http://stralsakerhetsmyndigheten.se)



På fråga från SSM berättade AG att medarbetare från både RISE och SWERIM deltagit i analyserna inom ramen för LOT-projektet, totalt sju medarbetare. Deltagarna i projektet har valts ut mot bakgrund av den kompetens som behövs för att utföra de analyser och mätningar som erfordrades. AG beskrev att okulärbesiktning av proverna vid ankomsten utfördes av RISE, liksom mikroskopi- och gravimetrismätningarna. Samtliga medarbetare från RISE/SWERIM står som medförfattare till SKB:s sammanfattande rapport om LOT försöken (SKB TR-20-14). Röntgendiffraktionsexperimenten (XRD), svepelektronmikroskopi- (SEM) och transmissionselektronmikroskopimätningarna (TEM) samt de spektroskopiska mätningarna EDS (engelska; *energy-dispersive x-ray spectroscopy*) och GDOES (engelska; *glow-discharge optical emission spectroscopy*) utfördes av forskare på SWERIM. På fråga på SSM hur ofta dessa typer av mätningar, exempelvis gravimetri, utförs av medarbetarna på RISE, svarade AG att det sker dagligen.

SSM frågade om RISE och SWERIM har ett gemensamt kvalitetssystem varpå AG beskrev att fram till 2018 hade korrosions- och metallforskningsavdelningarna ett gemensamt kvalitetssystem. Sedan RISE har tagit över korrosionsavdelningen tillämpar SWERIM ett separat kvalitetssystem medan korrosionsavdelningen använder RISE-koncernens system.

På fråga från SSM svarade AG att inga analysmetoder är ackrediterade längre och har inte varit det sedan 2016. Detta bedöms inte påverka resultatet. Vidare beskrevs att standarder tillämpas i så hög utsträckning som möjligt men att försök ofta behöver anpassas efter kundens behov varpå standarder inte i samtliga fall är tillämpliga.

SSM frågade hur RISE och SWERIM säkerställer att utförare har erforderlig kompetens för uppgifterna. AG beskrev att RISE tillämpar ett system där man använder sig av särskilda befattningar för att säkerställa korrekt handhavande, dels forskare som är ansvariga för en viss typ av instrument, dels en person som är ansvarig för hela laboratoriet. De ansvariga utses baserat på kompetens, erfarenhet och utbildning. För de flesta laboratorier och instrument fordras att operatören innehar ett s.k. körkort för ett visst instrument. En medarbetare får körkortet för ett visst analysinstrument efter att ha klarat av ett prov baserat på teoretisk och praktisk kunskap. För SKB-finansierade projekt har i så hög utsträckning som möjligt samma medarbetare använts för analyserna.

På fråga från SSM klargjorde AG att hela RISE har ISO-9001-certifiering som avser ledningssystem för kvalitet. Övriga delar av RISE förutom korrosionsavdelningen innehar även ISO-17025-certifiering som avser allmänna kompetenskrav för provnings- och kalibreringslaboratorier.

SSM frågade hur RISE säkerställer opartiskhet i sitt arbete och gentemot kunden. AG förklarade att RISE dels har ett ledningssystem med krav på opartiskhet samt rutiner för att följa upp detta. Medarbetare har även ett eget ansvar att uppmärksamma sina överordnade på huruvida tänkbara jävsförhållanden skulle kunna föreligga. RISE-koncernens ledningssystem innehåller även visselblåsarfunktioner och det finns även en koncerngemensam kvalitetsgrupp. I arbetet med SKB finns en bra dialog och samtliga inom projektet erhållna resultat levereras till SKB.

Vidare frågade SSM hur RISE hanterar avvikelser och hur rutinerna ser ut i detta avseende. AG förklarade att hela RISE har samma system inom ramen för intranätet. Systemet är förhållandevis nytt och tillämpas för att hantera dels systematiska fel, dels mindre avvikelser. Är avvikelserna av mer specifik karaktär, exempelvis kopplat till ett särskilt analysinstrument, rapporteras detta till instrumentansvarig i första hand. SSM frågade i detta avseende huruvida instrument- och metodbeskrivningar finns tillgängliga.



AG svarade att KIMAB:s gamla system hade instrumentbeskrivningar. SWERIM har instrumentbeskrivningar men inga egna metodbeskrivningar eftersom analysmetoder generellt måste anpassas efter kundernas behov. Dock, poängterade AG, tillämpas standarder där så är möjligt och i dessa standarder finns generell metodbeskrivning. Exempelvis tillämpades standarder (SS-EN ISO 8407:2014, SS-EN ISO 7407:2014 E.3.1) och där beskrivna metoder för betning av kuponger innan genomförande av massförlustmätningarna i LOT-projektet. Avseende betningsmetoder beskrev RISE att man inför LOT-analyserna utfört förberedande tester på föroxiderade prover i syfte att identifiera ett lämpligt förfarande. Korrosionsprodukterna på de föroxiderade kupongerna hade dock en annorlunda karaktär och löstes dock väldigt enkelt upp. RISE och SKB valde därför att istället tillämpa de standarder som hänvisas till i rapporten (SKB TR-20-14).

SSM frågade även hur mätningar dokumenteras. AG beskrev att samtliga analysinstrument är kopplade till laboratoriedatorer i vilka all rådata erhålls och sparas digitalt. Detta innefattar samtliga fotografier som tas av exponerade prover. Data överförs sedan till en så kallad projektmapp som samlar all producerad information kopplad till ett visst projekt. I denna mapp sparas även operatörsanteckningar om sådana finns. Data sparas sedan på en server. Exponerade prover arkiveras och sparas i tre år, alternativt skickas tillbaka till kunden.

På fråga från SSM om hur dokumentation och resultat från mätningar granskas internt. AG beskrev att det generella tillvägagångssättet är att en överordnad granskar framtagna dokument eller producerade resultat. I LOT-projektet är AG ansvarig i detta avseende. Vidare beskrev AG att resultat från beställda forskningsprojekt vid RISE generellt dokumenteras i en forskningsrapport som fastställs internt och skickas till kunden. I samband med LOT projektet skrevs slutrapporten i nära samarbete mellan SKB:s och RISE/SWERIM:s personal, och av detta skäl finns ingen särskild separat RISE-rapport fastställd för LOT-projektet.

SSM frågade även om hur RISE utför instrumentkalibrering varpå AG svarade att man dels gör årliga kalibreringar men att man även, inför varje experiment, utför så kallade snabbkalibreringar. Exempelvis nämnde AG att för gravimetriska mätningarna så tillämpas provvikter initialt för att snabbkalibrera vägen.

#### Rundvandring

Efter frågestunden gjordes en rundvandring i RISE:s och SWERIM:s lokaler. SSM:s medarbetare fick se SEM- och TEM-laboratorierna. AG beskrev att den provpreparering med fokuserad jonstråle (FIB) som görs inför TEM-mätningarna utförs vid KTH av SWERIM:s personal. Under rundturen visades även laboratoriet i vilket betning av exponerade prover samt de gravimetriska mätningarna utförs. SSM visades även GDOES- och EDS-instrumenten samt XRD-instrumentet. Lokalen där vätehaltsmätningarna utfördes var dock låst. AG demonstrerade de mikroskopiska mätningarna och SSM:s medarbetare fick möjlighet att med mikroskop studera två kopparkuponger från LOT A3- och S2-försöken. Provernas båda sidor hade olika utseende beroende på att den ena sidan hade polerats innan provexponeringen i förvaringsmiljön i samband med LOT. Den opolerade sidan var betydligt mera räfflad. AG visade även det mekaniska laboratoriet, liksom laboratorier vid vilka krypmätningar och så kallade SSRT-mätningar (engelska; *slow strain-rate*) utförs, vilka dock inte är kopplade till LOT-projektet. Rundturen avslutades med att SSM:s medarbetare fick se olika prover som har analyserats inom ramen för LOT-projektet (A3 och S2), både kopparkuponger och olika delar från kopparröret. Kopparröret hade kapats dels i olika höjdsektioner, dels hade utsnitt från höjdsektionerna av storleksordningen några kvadratcentimeter tagits ut för analyserna. Samtliga exponerade prover hade tunna beläggningar med något olika färgnyanser.



Mötet avslutades med att vissa SKB dokument gick igenom bl.a. som avser tullgränsbeslut och revisioner.

Anteckningarna har nedtecknats av Strålsäkerhetsmyndigheten och har skickats till SKB och RISE för faktakontroll.