



Strål  
säkerhets  
myndigheten

Swedish Radiation Safety Authority

Forskning

# Initiering av spänningskorrosion i Alloy 600

ICG-EAC Round Robin

## 2024:16

**Författare:** Martin Bjurman  
Studsvik Nuclear AB, Nyköping

**Datum:** November 2024

**Rapportnummer:** 2024:16

**ISSN:** 2000-0456

**Tillgänglig på** [www.ssm.se](http://www.ssm.se)





Strål  
säkerhets  
myndigheten

Swedish Radiation Safety Authority

Författare: Martin Bjurman  
Studsvik Nuclear AB, Nyköping

# 2024:16

Initiering av spännings-  
korrosion i Alloy 600  
ICG-EAC Round Robin

Datum: November 2024

Rapportnummer: 2024:16

ISSN: 2000-0456

Available at [www.stralsakerhetsmyndigheten.se](http://www.stralsakerhetsmyndigheten.se)

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

## SSM perspektiv

### Bakgrund

ICG-EAC (International Cooperative Group on Environmentally Assisted Cracking) är en internationell grupp bestående av organisationer som bedriver forskning inom området miljöinducerad sprickning i metalliska material i lättvattenreaktor (LWR)-miljö. Organisationen består av drygt 80 medlemmar som forskningslaboratorier, universitet, tillståndshavare, leverantörer av kärnkraftverk och myndigheter. Ett flertal medlemmar i ICG-EAC genomför en ökande mängd initieringsprovning i LWR-miljö. Det finns samtidigt ingen generellt använd eller erkänd provningsmetodik för initieringsprovning i LWR-miljö, och kännedomen om resultatens spridning och bias mellan labben är mycket begränsad. Användningen av provningsresultat och möjligheterna att utvärdera resultat från flera labb är därmed begränsad. För att ta reda på hur mycket resultaten sprider har Studsvik deltagit i en provningsjämförelsestudie, en så kallad Round Robin.

Syftet med denna Round Robin är att få bättre kännedom om spridning både för provningsresultat och mellan labb. Provningsmetoder och parametrar är valda för att möjliggöra deltagande från så många intresserade labb som möjligt.

### Resultat

Studsvik har genomfört en försöksserie med 4 provstavar av Alloy 600 exponerade vid 350 °C. Miljön var simulerad tryckvattenreaktorkemi med 1000 ppm B och 2 ppm Li enligt Round Robin specifikationen. Medelinitieringstid för Studsviks prover var 1123h, väl i linje med medel för Round Robin (1270 h). Spridningen inom Round Robin var inom väntat intervall, med en initieringstid som varierade med som mest cirka 20 gånger. En viss bias mellan labb noteras.

Slutsatsen från Round Robin är att den valda metoden lämpar sig väl som provningsstandard och att provningsdata ger validering, och ett gott underlag för framtida kvantitativa provningar. Round Robin betonar även vikten av att prova olika områden i en plåt för att erhålla representativa data.

En ytterligare ambition med denna Round Robin har varit att formulera en best practice som kan guida användaren till att generera tillförlitliga och jämförbara data. Resultaten har presenterats som en tidskriftspublicering, se referens 1 i rapporten.

### Relevans

Vid framtida användning av den framtagna provningsmetodiken för initieringsprovning i LWR-miljö kommer utvärdering av resultat från olika internationella labb underlättas.

### Behov av vidare forskning

SSM ser inget behov av ytterligare forskning förutom att följa resultaten av framtida provningar.

### Projektinformation

Kontaktperson SSM: Elena Calota

Referens: SSM2017-397 / 7030146-00



# Innehåll

<b>1. Huvudinnehåll .....</b>	<b>2</b>
<b>2. Inledning .....</b>	<b>3</b>
Bakgrund.....	3
Mål .....	3
<b>3. Experimentellt .....</b>	<b>4</b>
Material .....	4
Provstavstillverkning .....	7
Provningsgenomförande .....	8
Efterundersökningar.....	11
<b>4. Resultat.....</b>	<b>12</b>
Exponering 1 .....	12
Exponering 2.....	14
Efterundersökningar.....	16
<b>5. Round Robin – Jämförelse av data .....</b>	<b>21</b>
<b>6. Slutsatser.....</b>	<b>25</b>
<b>7. Erkännanden .....</b>	<b>26</b>
<b>8. Referenser .....</b>	<b>27</b>
Test material.....	1
Specimen geometry .....	1
Monitoring of specimens in test facility .....	2
Arrangement of specimens in test facility .....	2
Environmental conditions in test facility .....	3
Startup of test .....	3
Operation of tests .....	4
Figures .....	5

# 1. Huvudinnehåll

Ett flertal medlemmar inom ICG-EAC genomför en ökande mängd initieringsprovning i LWR-miljö. Det finns samtidigt ingen generellt använd eller erkänd provningsmetodik för initieringsprovning i LWR-miljö, och kännedomen om resultatens spridning, eller bias mellan labben är mycket begränsad. Användning av provningsresultat, och möjligheterna att jämföra resultat från flera labb är därmed begränsad.

Syftet med denna Round Robin är att få bättre kännedom om spridning både för provningsresultat och mellan labb. Provningsmetoder och parametrar är valda för att möjliggöra deltagande från så många intresserade labb som möjligt.

Studsвик har genomfört en försöksserie med 4 provstavar av Alloy 600 exponerade vid 350 °C. Miljön var simulerad PWR-kemi med 1000 ppm B och 2 ppm Li enligt Round Robin specifikationen. Medelinitieringstid för Studsviks prover var 1123h, väl i linje med medel för Round Robin (1270 h). Spridningen inom Round Robin var inom väntat intervall, med en initieringstid som varierade med som mest cirka 20 ggr. En viss bias mellan labb noteras också. En tidskriftsartikel som sammanfattar och analyserar resultatet från alla 10 deltagarnas försök finns publicerat i Meadows et al. [1].

Slutsatsen från Round Robin är att den valda metoden lämpar sig väl som provningsstandard och att provningsdata ger validering, och ett gott underlag för att framtida kvantitativa provningar. Round Robin betonar även vikten av att prova olika områden i en plåt för att erhålla representativa data.



# 2. Inledning

## Bakgrund

Ett flertal medlemmar i ICG-EAC genomför en ökande mängd initieringsprovning i LWR-miljö. Det finns samtidigt ingen generellt använd eller erkänd provningsmetodik för initieringsprovning i LWR-miljö, och kännedomen om resultatens spridning och bias mellan labben är mycket begränsad. Användning för provningsresultat och möjligheterna att utvärdera resultat från flera labb är därmed begränsad.

Studsvik har genomfört ett större antal initieringsprovningar med konstantlast/aktivt belastade prover på såväl obestrålat som bestrålat material.

Det är känt att Alloy 600 kan vara känsligt för initiering av spännings-korrosion, speciellt vid vissa värmebehandlingstillstånd och kallbearbetningsgrader. Materialet förväntades också ge ett representativt resultat och därför väl lämpat för Round Robin-försök. Ett material från PNNL valdes ut som primärt provningsmaterial, men två andra charger fanns tillgängliga för dem som önskade prova flera material.

Provningsmetoden är en konstantlastprovning instrumenterad med Direct Current Potential Drop (DCPD) och provningen utfördes i Studsvik autoklavhall position 32. Provningsmekniken har använts i ett flertal studier som screeningsteknik för initiering av spänningskorrosion till exempel [2-7]. Utrustningen och provningsmekniken har även vidare-utvecklats inom SSM och BFUK-projekt [8, 9]. Ett flödesschema för experimentuppställningen finns illustrerat i bilaga A. Försöksparametrarna finns definierade enligt nedan och är i enlighet med ICG EAC:s tekniska specifikation, bilaga B.

## Mål

Syftet med denna Round Robin är att ta fram underlag till att mäta spridningen av testdata mellan olika laboratorier och därmed få en värdefull benchmark avseende tillförlitlighet av data.

För att nå detta mål förutsätts att de deltagande laboratorierna använder väletablerade testtekniker samt att den tekniska specifikationen följs så långt det är möjligt. Tekniska specifikationen finns i bilaga B.

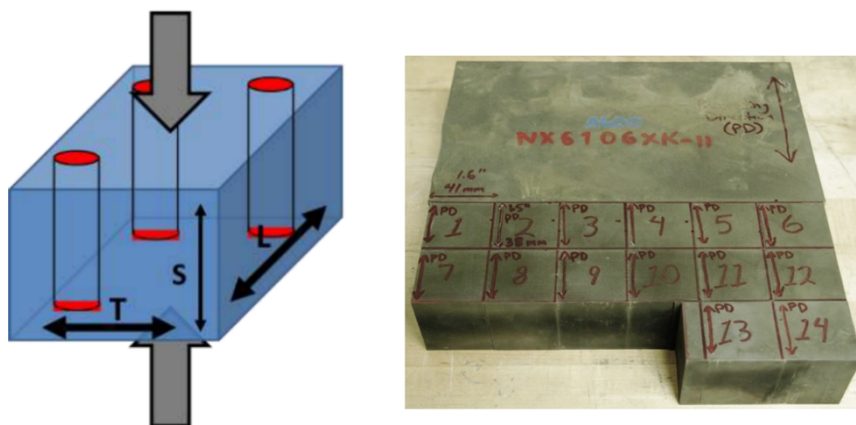
En ytterligare ambition med Round Robin är att formulera en *best practice* som kan guida användaren till att generera tillförlitliga och jämförbara data. Detta arbete pågår hos organisatörerna av Round Robin kommer att presenteras som en tidskriftspublicering.

# 3. Experimentellt

## Material

Enligt den tekniska specifikationen finns tre tillgängliga testmaterial, alla med 15 % kallbearbetning. Material 1 med beteckningen NX6106XK-11, tillhandahållet av PNNL, har använts i provningen. Proverna är tagna ur en 2" plåt, se Figur 4, som delats i provämnen om 40×40×50 mm. Dessa har sedan i kallt tillstånd reducerats 15 % (i S-riktningen), se figur 1 **Error! Reference source not found.** I figur 2 visas LOM centralt i plåten av den bandade mikrostrukturen med utskiljningar. I Figur 4 visas en EBSD-mapp av mikrostrukturen med en bimodal kornstorleksfördelning som visar tydlig bandning med regioner av stora korn. Mikrostrukturen visade sig vara mest heterogen nära ytorna och rekommendationen var därför att lägga den aktiva provningslängden så nära plåtcentrum som möjligt. En utökad sammanställning av materialet redovisas i bilaga C. Värmebehandlingstillståndet för plåten är *mill annealed*, glödgat vid 927 °C i 3,5 h följt av släckning i vatten i enlighet med ASTM B168. Det är samma standard och tillstånd som Studsvik material 196, vilket bland annat provats i M136:2 och M166:1. Detta är inte en upplösningsbehandling, eftersom kraven i ASTM B168 gällande mekaniska egenskaper då inte kan uppfyllas. Släckning genom temperaturområdet 800 °C till 600 °C görs för att förhindra kraftig utskiljning av karbider. Fördelningen av karbider i materialet beskrivs av PNNL som icke uniform på korngränserna och med stråk av TG-karbider från gamla korngränser, vilka även kan misstas för korngränser i etsade tvärsnitt, se Figur 3 och bilaga C.

En detalj på mikrostrukturen för de övriga två tillgängliga materialen redovisas i Figur 5, samt övriga underlagsdata i bilaga D och E.



**Figur 1**  
Provämne där gråa pilar indikerar riktning för slutlig 15 % deformation (vänster). Orientering för provämnerna är inritad. Bild på plåten med position och orientering på provämnerna.

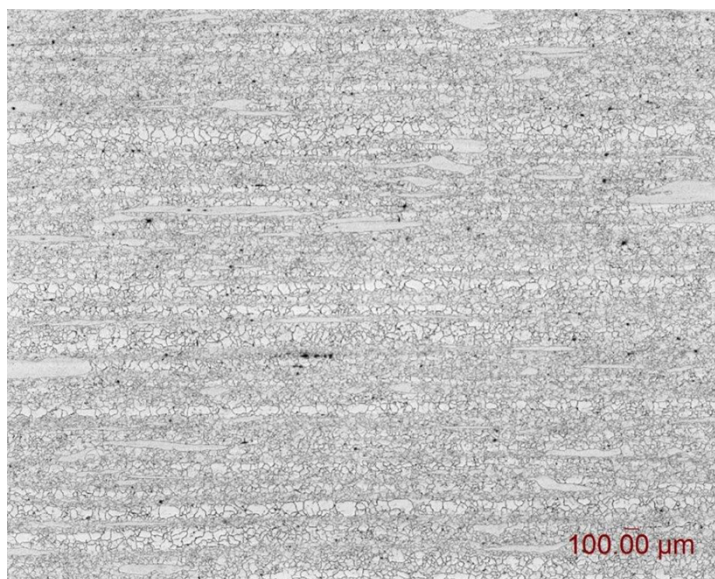
Provningsen genomförs enligt specifikation vid  $R_{p0,2} + 1\%$ , men dragtåget i autoklaven är inte tillräckligt styvt för att med tillräcklig precision kunna bestämma detta, varför separat dragprovning för bestämning av sträckgräns vid 350 °C är genomförd i luft. Sträckgränsen vid 350 °C bestämdes till  $R_{p0,2} = 516$  MPa, se Tabell 1, samt bilaga F. Kemisk sammansättning och hårdhet för alla tre materialen finns sammanställt i Tabell 2.

**Tabell 1**  
Resultat av dragprovning vid 350 °C.

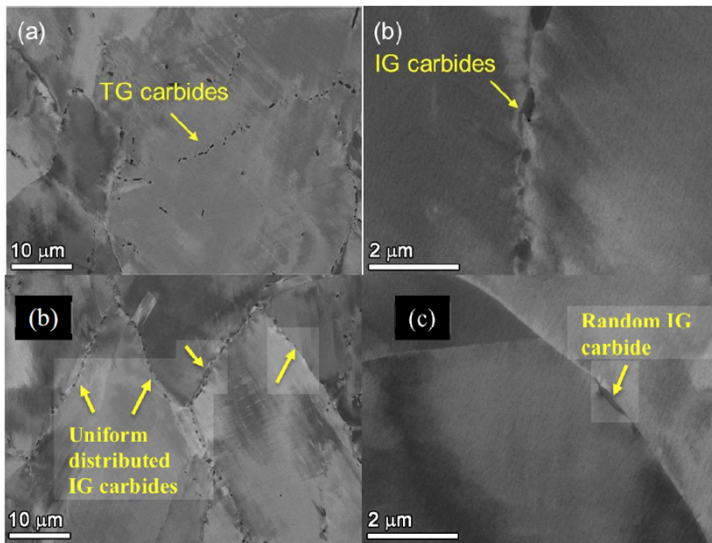
Provstav	R <sub>p0,2</sub> MPa	R <sub>m</sub> MPa	E GPa	Brottförlängning %
19845	520	706	202	15,3
19846	514	710	198	14,5
19847	515	707	200	11,5

**Tabell 2**  
Sammansättning (i vikts %, Ni-balans) och hårdhet för de Alloy 600 charger som var tillgängliga inom denna Round Robin.

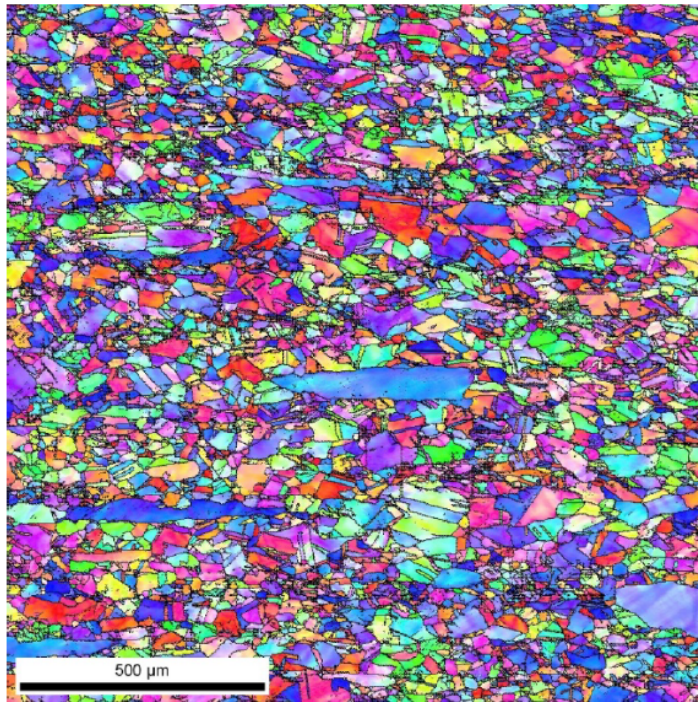
Heat	HV	C	Si	Mn	Cr	S	P	Fe	Mo	Co	B	Cu	Al
			0.2	0.2	16.3							0.0	0.22
<b>1. PNNL</b>	254	0.06	2	3	6	0.001	0.004	8.5	-	0.03	-	1	3
		0.00	0.2	0.4		0.000	0.009	7.9	0.0	0.01	0.00		
<b>2. EPRI/GE</b>	215	1	2	6	15.6	2	2	2	3	1	2	-	-
<b>3. Rolls</b>		0.03			15.5			8.8			0.00	0.0	
<b>Royce</b>	207	6	0.2	0.2	3	0.001	0.005	7	-	0.03	2	3	0.27



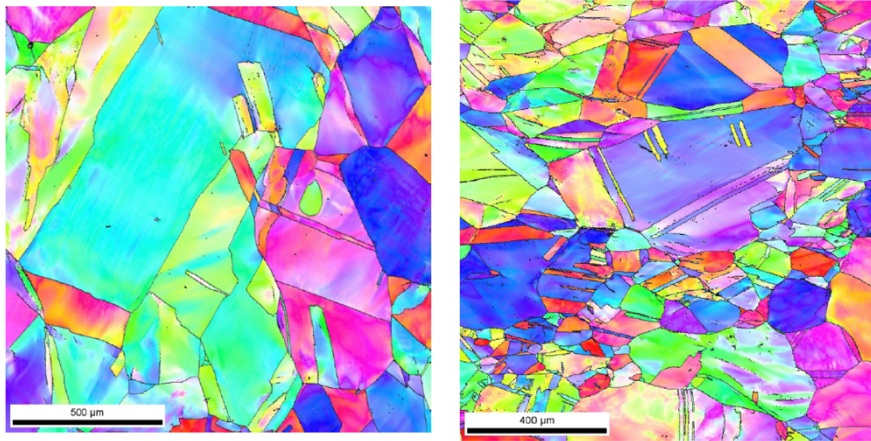
**Figur 2**  
25x LOM-bild centralt i plåten med bandad struktur.



**Figur 3**  
SEM-BSE-bilder som visar TG-karbider (a), områden med jämn fördelning av IG-karbider (b) och områden med isolerade IG-karbider (c).



**Figur 4**  
EBSD-mikrostrukturbild av Material 1 (levererat av och analyserat vid PNNL).

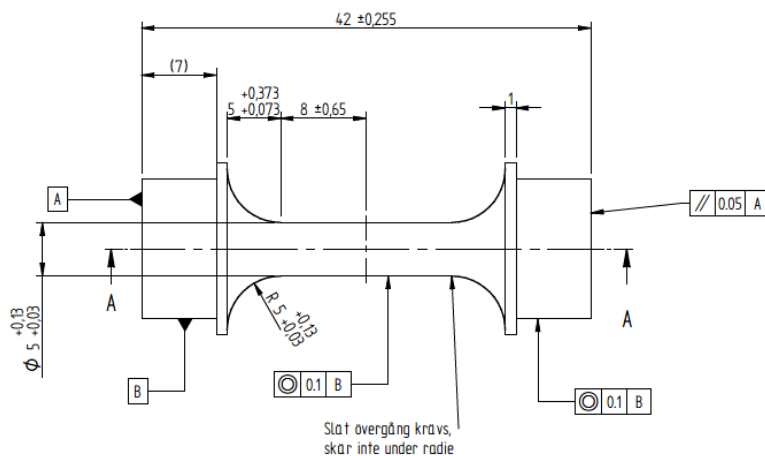


**Figur 5**  
Mikrostrukturbilder med EBSD av Material 2 (vänster) levererat av EPRI/GE och Material 3 (höger) levererat av Rolls Royce, from [10].

## Provstavstillverkning

Två provstavstyper finns föreslagna i den tekniska specifikationen för Round Robin. Provstavarna har alla 40 mm total längd begränsad av provvärmets tjocklek som efter reduktion är cirka 43 mm. Den rekommenderade geometrin utnyttjar största möjliga längd för aktiv provning (18 mm), men innebär att en separat referensprovstav måste tillverkas. Den alternativa provstaven har en inbyggd referenssektion för DCPD-korrektion, vilket reducerar aktiv provningslängd till cirka 10 mm. För att maximera provningslängden i denna provning har provstavarna med full aktiv längd valts.

En ritning av provstavsgeometrin med ändarna anpassade för Studsviks autoklaver visas i Figur 6. Provstaven infästning i dragtåget sker med en inre gänga i skallarna. Genom att brätten svarvats på provstavarna, skapas exakta mätpunkter i nollströmsområden där signalkablarna kan kontakteras. Det gör att kontaktkvalitet och stabilitet inte i samma utsträckning påverkar spänningsfallet. Därmed erhålls en mycket väldefinierad mätsträcka för potentialfallet, en förutsättning för en exakt och stabil mätning.



**Figur 6**  
Utdrag ur ritningsunderlaget för provstavar enligt Studsviks Round Robin-design.

Provämnerna gnistades först ut som cylindrar ur det från PNNL levererade ämnet, se principskiss i figur 1 **Error! Reference source not found.** Provstavarna svarvades därefter ut ur provvämnerna. Slutligt ytillstånd erhöles genom slipning och polering. Svarv- samt slip- och polerparametrar finns beskrivna i specifikationen för Round Robin, bilaga B. Slip och polerstegen som anges i Tabell 3 utförs manuellt och innebär att det trots RR-specifikationen bedöms föreligga en signifikant variation i ytillstånd mellan olika labb eller operatörer.

**Tabell 3**

Parametrar för slipning och polering av provstavar.

Polersteg	Time [min]
Paper grit size [ISO] 500	4
Paper grit size [ISO] 800	2
Paper grit size [ISO] 1000	2
Paper grit size [ISO] 1200	2
Diamond suspension [ $\mu\text{m}$ ] 9	4
Diamond suspension [ $\mu\text{m}$ ] 3	4
Pikal metal polish ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ & Silica Sand based)	4
Diamond suspension [ $\mu\text{m}$ ] 1	4

## Provningsgenomförande

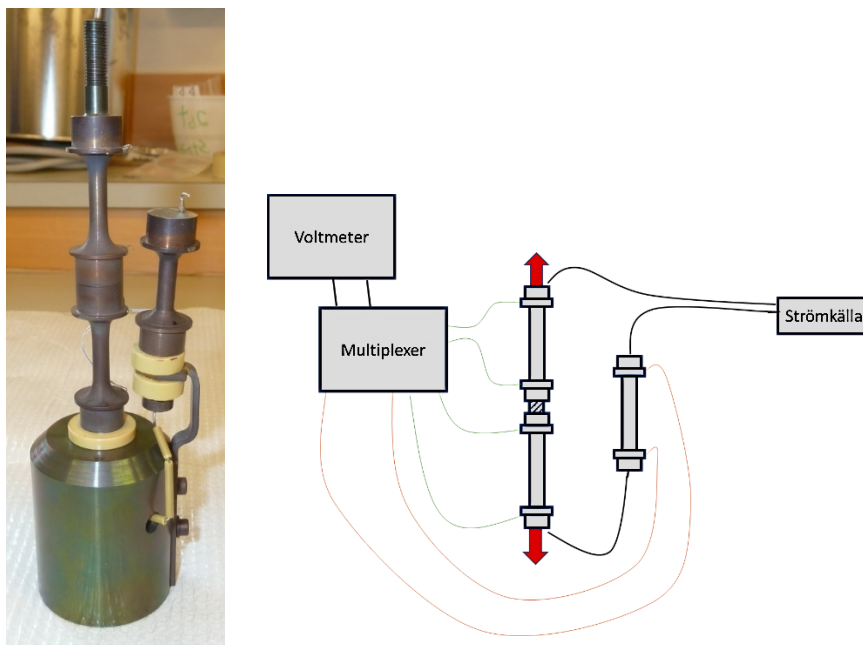
För att i enlighet med Round Robin kunna genomföra försöket vid 350 °C klassades autoklaven inför försöket om till 360 °C och 200 bars maxtryck. Vidare konstruerades nya fästen för provstavarna och ett LabVIEW-program för styrning av försöket. Via detta LabVIEW-program loggas även samtliga processparametrar så som temperaturer, tryck, dragtågets last och position, flöden, ECP och konduktivitet.

Ett flödesschema för kretsen visas i bilaga A. Avgasat ultrarent vatten H-satureras och blandas med B/Li-lösning som matas via huvudpumpen till värmväxlare och förvärmare. Temperaturfördelningen i autoklaven optimeras genom justering av inloppstemperaturen och värmning med hjälp av mantelvärmare kring autoklaven. På utloppet mäts korrosionspotentialen via en Ag/AgCl-elektrod relativt provets potential. Efter värmväxlare och kylare regleras trycket i autoklaven via en Back Pressure Regulator (BPR) varefter även konduktiviteten och utloppstemperatur mäts. I utloppet tas även periodiskt vattenprov, samt periodisk uppmätning av genomflödes hastigheten i autoklaven. Därefter förs vattnet till avloppet.

Proverna som monteras i autoklaven belastas via en tryckkompenserad och bälg-tätad dragstång i autoklavkretsens botten. Belastningen mäts kontinuerligt med en lastcell, och justeras vid behov via en stegmotor kopplad till en domkraft, som i sin tur kontrollerar dragtågets position. Lastjusteringen är programmerad så att endast avvikelser överstigande 3 N från bör värdet justeras.

DCPD-mätningen genomfördes med hjälp av ett strömaggregat Agilent 6611C, nano-voltmeter Agilent 34420A och Multiplexer Agilent 34970A. Drivströmmen för DCPD leds i serie genom proven via kontaktpunkter på topp och bottenytan av

respektive provstav. Alloy 600-trådar har i provningen använts på både mät och strömtrådar som punktsvetsats fast på provet. En mycket väldefinierad mätsträcka för potentialfallet är förutsättning för en exakt och stabil mätning. Genom att brätten svarvats ut i provstavarna skapas exakta mätpunkter med nollströmsområden där signalkablarna kan kontakteras utan att kvalitet och stabilitet påverkar spänningsfallet.



**Figur 7**

Vänster: Provtavvar monterade på provstavshållaren. De två aktivt belastade proverna syns till vänster och referensprovstaven till höger.

Höger: Principskiss över provningsuppställning avseende DCPD.

Motiven till att använda en referensprovstav är flera. Dels kompenserar denna för den initiala effekten av oxidation på provet, samt den för Alloy 600 mycket tydliga termiskt initierade resistansökningen. Vidare kompenserar även på ett bra sätt för effekten av eventuella temperatur-, ström- eller andra fluktuationer som uppstår under provningen. En utförlig analys av störkänsligheten finns beskriven i [9]. Skillnaderna mellan denna provning och tidigare försök [8, 9] är huvudsakligen byte från BWR- till PWR-miljö, provstavsgeometrin som i tidigare försök innehöll en hump där töjning och sprickningen koncentrerades, samt att detta är konstantlastprovning, istället för som tidigare Slow Strain Rate Tests (SSRT).

Av de två föreslagna provstavsgeometrierna med inbyggd respektive extern referensprovstav valdes den externa. Främsta anledningen var i detta fall den begränsade provlängd som kunde uppnås med tillgängligt material. Även responsen till fluktuationer mellan referens och prov blir bättre. Utvärdering av DCPD var avsedd att ske på kvoten mellan de normaliserade spänningarna  $V_{\text{norm-prov}}/V_{\text{norm-ref}}$ , men under provningen visade sig den signalen vara brusigare och mer svårutvärderad än att direktutvärdera från grafer med normerad  $V_{\text{norm-prov}}$  och  $V_{\text{norm-ref}}$ . I underlagen som skulle skickas till Round Robin var det dessutom grafer av de direkta DCPD-signalerna från prover och referens som önskades, inte kvoten. Provtavvar monterades och trådades varefter autoklaven stängdes och renspolades med avgasat vatten tills konduktiviteten stabiliserats (under 0,1  $\mu\text{S/cm}$ ). Däref-

ter startades väte-, B/Li-dosering och autoklaven värmdes med jämn hastighet upp till 350 °C på 8h. Efter 24 h förfilmning vid temperatur och i miljö lastades proverna på till  $R_p 0,2 + 1 \%$ , vilket definierar startpunkten  $t=0$  i provningen. Lasten kompen-serades för friktionsbidraget från genomföringarna i dragtåget, vilket utifrån last-förskjutning under den initiala pålastningen bedömdes vara  $<100N$ .

Då sprickinitiering indikerats med DCPD avsågs provningen att fortsätta i ytterligare 100 h (enl. RR-specifikationen). Motiven till att inkludera ytterligare 100 h provning var dels att säkerställa att initiering skett och därmed förhindra felaktigt avbrutna provningar, men även svårigheten att i efterutvärderingen hitta de initierade sprickorna. Vissa labb öppnade av denna anledning även upp sprickorna genom att efter provningen överlastade provstavarna. Det ger dock en viss överskattning av sprickningen.

Om endast ena provstaven indikerat sprickning, ersattes denna provstav med en dummy och provningen återstartades till dess även det andra provet visat på sprickinitiering.

Provningsparametrar och de parametrar som enligt RR-specifikationen skulle mätas upp under provningen finns definierade i tabell 4 och 5.

**Tabell 4**

Summering av experimentella parametrar under försöket.

Parameter	Värde
Exponeringsmiljö	PWR-miljö <sup>1)</sup>
Temperatur (°C)	350
B-koncentration	1000 ppm
Li-koncentration	2 ppm
Last (N) <sup>2)</sup>	10 530 N 10 590 N

<sup>1)</sup> Definierat enligt bifogad teknisk specifikation.

<sup>2)</sup> Konstant last, 1 % över sträckgränsen.

**Tabell 5**

I Round Robin kravställda parametrar som skulle mätas upp under försöket.

Parameter	Enhet
DCPD-signal från prov och referensområde	mV
Temperatur	(°C)
Last (lastcell)	N
Tryck	Bar
ECP i kretsen	mV



## Efterundersökningar

I enlighet med den tekniska försöksbeskrivning från ICG-EAC gjordes en lateral efterundersökning av de exponerade provstavarnas midja med SEM. Syftet är att identifiera eventuella sprickor och mäta deras ytbrytande längd.

För att bestämma sprickdjup och sprickmod är ytterligare undersökningar genomförda. Från den laterala SEM-undersökningen av midjan valdes en tillräckligt stor spricka ut för respektive undersökning. Ett ämne innehållande sprickan kapades ut och avsett tvärsnitt frilades genom slipning med intermittent LOM-inspektion, följt av slutpolering. SEM-undersökning utfördes på polerad samt försiktigt etsad yta för bestämning av sprickdjup, sprickmod och mikrostruktur kring sprickan.

## 4. Resultat

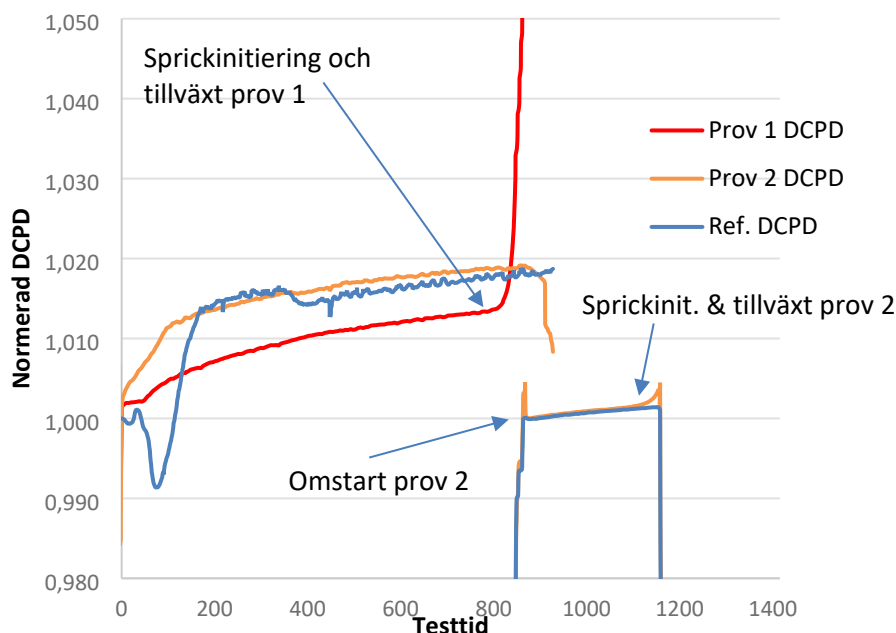
Två provningar med två provstavar per gång är genomförda i autoklaven. Utöver nedan resultatgenomgång finns kompletterande underlag gällande vattenkemi, laster, förskjutning, temperaturer etcetera från provningarna i bilaga G och I.

### Exponering 1

Uppstart genomfördes enligt beskrivning i avsnitt 2.3. Efter pålastning av proverna noteras en ganska snabb ökning av DCPD-signalen på grund av resistansökningen från åldring, geometriförändring från kryp/relaxation och oxidation av ytorna, se Figur 8. I figuren visas DCPD-signalen för båda de aktivt belastade proven, och referensen under provning 1, inklusive omstart efter sprickdetektering i prov 1. Vid delprovning 2, efter att initiering i prov 1 detekterats, monterades ett dummyprov tillsammans med prov 2 i lasttåget. Tidsaxeln är för prov 2 justerad i figuren så att tiden anger provning vid full last.

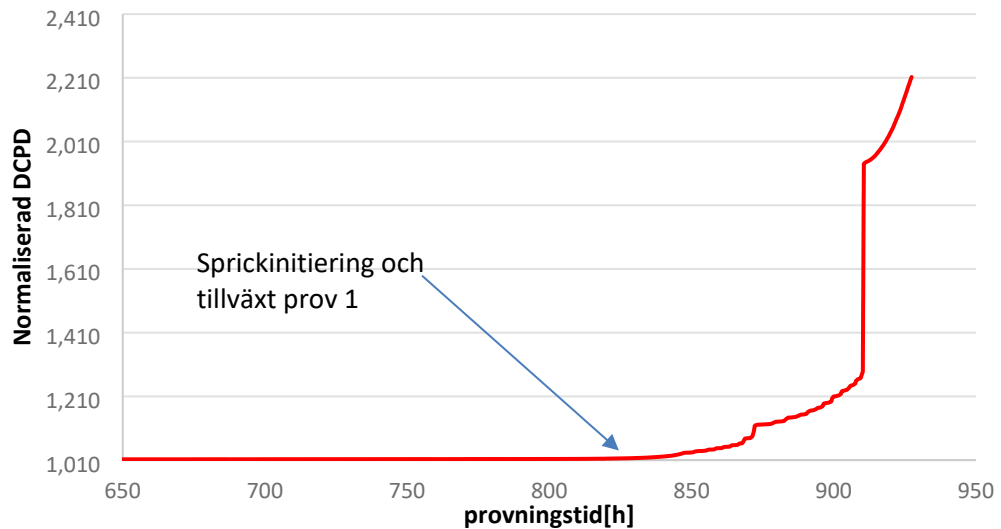
Cirka 100 h efter provningsstart stabiliseras signalen och en avtagande resistans-tillväxt noteras för prov 1 och 2. Signalen från referensprovet är tyvärr brusig och instabil. Den dåliga signalen visade sig efter nedkörning för uttag av prov 1 härröra från degradering av signalkablarnas isolatorceramer. Dessa var köpta enligt ordinarie specifikation, men från en ny leverantör vars produkt inte höll måttet för att fungera i PWR-kemi.

På grund av den brusiga referenssignalen görs inte utvärderingen från kvoten mellan prov och referens, utan direkt från provsignalen, och referensen används som siktlinje i grafen.

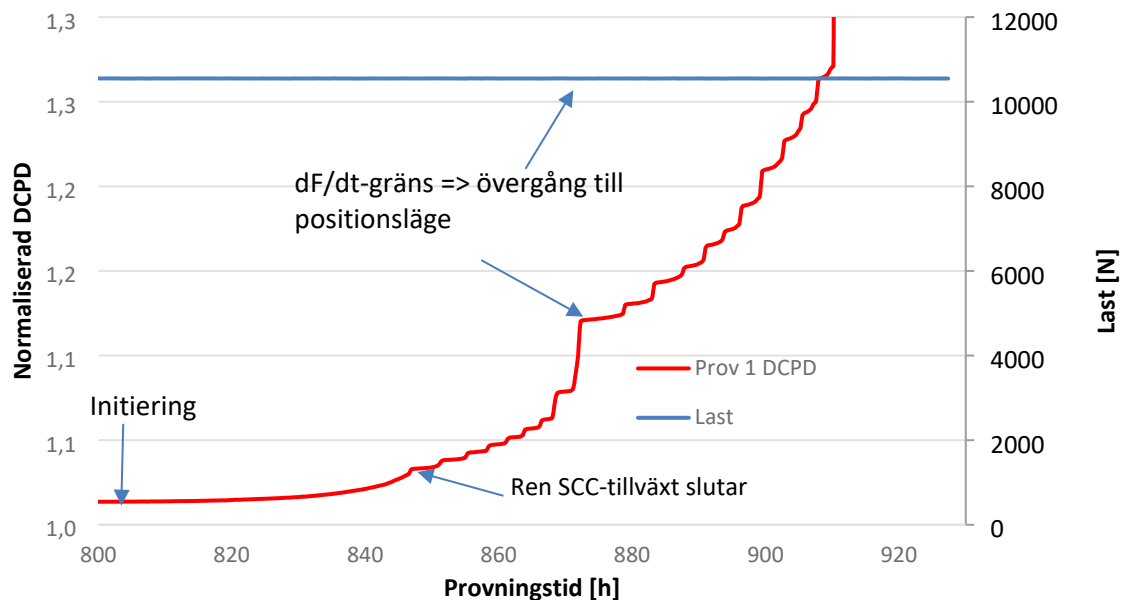


Figur 8: Normalerad DCPD för första exponeringen. Prov 1 (röd), 2 (orange) och referens (blå).

Initieringstiden för sprickning i provstav 1 uppmättes med DCPD till 810 h, se Figur 9 och Figur 10. Efter detektering fortsatte provningen enligt RR-proceduren, i vilken provning skulle fortgå i minst 100 h efter att initiering detekterats. Efter 850 h började tillväxten att ske stegvis och små hack noteras i lastkurvan på grund av att dragtåget inte hann lasta på tillräckligt fort. Efter 870 h skiftade utrustningen automatiskt från konstant last till konstant förskjutning baserat på att en snabb lastminskning (>500N) triggade en lastgräns som angivits för att förhindra stora förskjutningar vid provstavsbrutt. Därefter föll på grund av fortsatt spricktillväxt lasten snabbt till låga nivåer, se Figur 10.

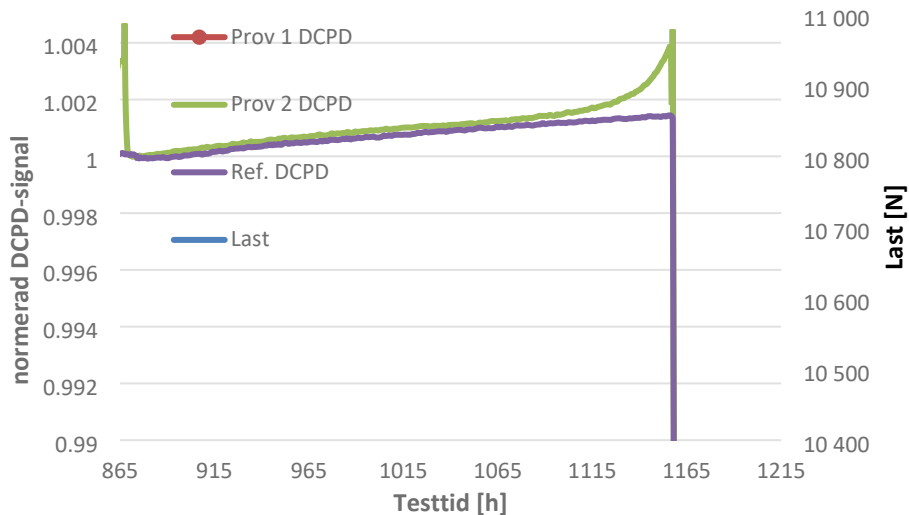


Figur 9: DCPD-kurva för provstav 1. Vid 810 h detekteras initiering. DCPD indikerar att spricktillväxten skett stegvis.



Figur 10: Detalj från initiering och SCC-tillväxt i prov 1, DCPD (röd) och lastkurvor (blå).

Autoklaven kördes ned, prov 1 demonterades och ersattes med en dummyprovstav. Vidare ersattes de isolerkeramer på DCPD-trådar som degraderat under provningen med keramer från ordinarie leverantör. Därefter återstartades autoklaven enligt ovan och prov 2 lastades åter till full last. DCPD-signalerna var efter bytet av keramer mycket bättre, se Figur 11. En ny normalisering av signalen för både prov och referens efter pålastning gör att signalen åter börjar på 1. Att avlasta proverna och köra ner och upp autoklaven ger dynamisk last (och temperatur), vilket är en känd faktor som kan reducera tiden till initiering. Dess påverkan bedöms dock vara begränsad i detta fall. Eftersom detta var andra gången som prov 2 utsattes för miljön, lasten och temperaturen så skedde inte samma snabba resistansförändring denna gång och prov och referens följer varandra mycket väl. Efter 1095 h initierade prov 2 och efter ytterligare 60 h jämt accelererande DCPD-signal avlastades provet vid 1155 h effektiv provning.



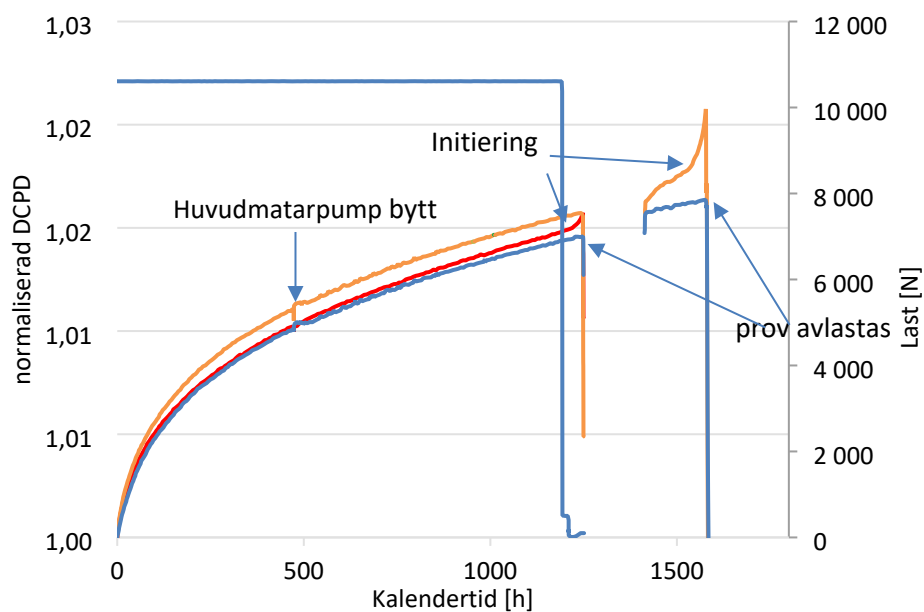
**Figur 11:** DCPD-kurva för provstav 2 efter omstart av provningen. Vid 1095 h detekteras initiering.

Såväl vattenkemi som temperaturer och provstavslaster var stabila och väl inom specifikationen under provningen, se bilaga I.

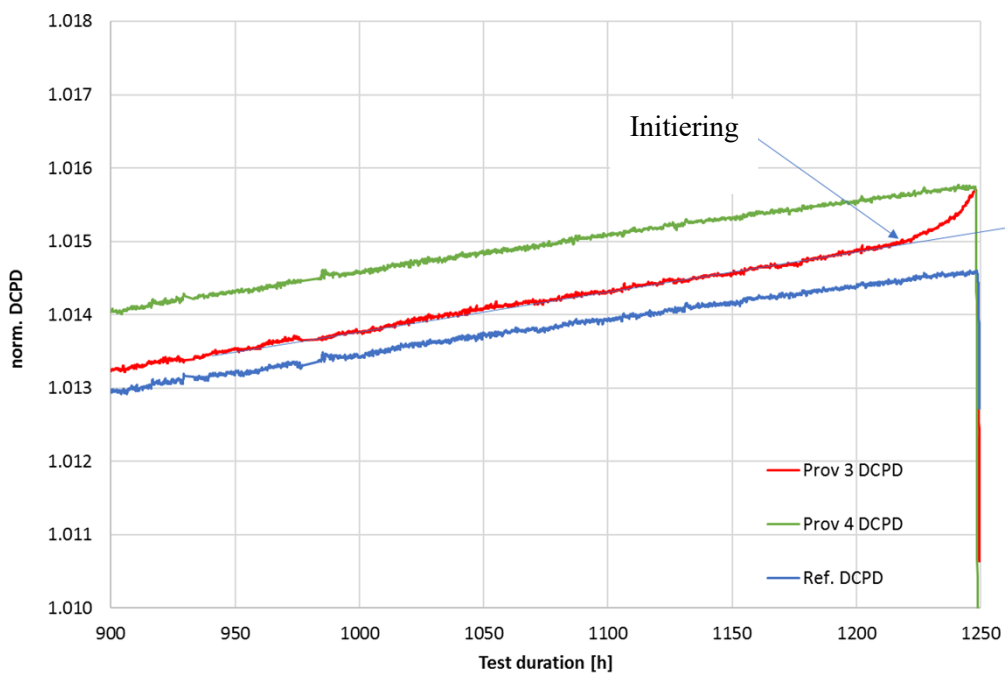
## Exponering 2

Uppstart genomfördes på samma sätt som för exponering 1.

Efter pålastning av proverna noterades en ganska snabb ökning av den normaliserade DCPD-signalen på grund av resistansökningen från åldring, geometriförändring från kryp/relaxation och oxidation av ytorna, se Figur 12. I figuren visas DCPD-signalen för båda de aktivt belastade proven, och referensen, inklusive omstart efter sprickdetektering i prov 3, då med dummy och prov 2 monterade i lasttåget. Signalen var mycket stabil och med en mycket jämnt avtagande resistansökning. Mycket bättre signal än i första provningen som stördes av keramproblemen. Vid 475 h syns ett litet hack i DCPD-signalen på grund av att huvudpumpen stängdes av en kort stund för reparation. Huvudflödet stoppades under några minuter, vilket genererade en liten temperaturfluktuation. Signalen var i övrigt mycket stabil och initiering av spricka detekterades i prov 3 efter 1220 h. Efter detta fortgick provningen i 28 h med kontinuerligt accelererande DCPD-respons. Innan proverna utifrån erfarenheten från tidigare provstavar avlastades och autoklaven kördes ner.

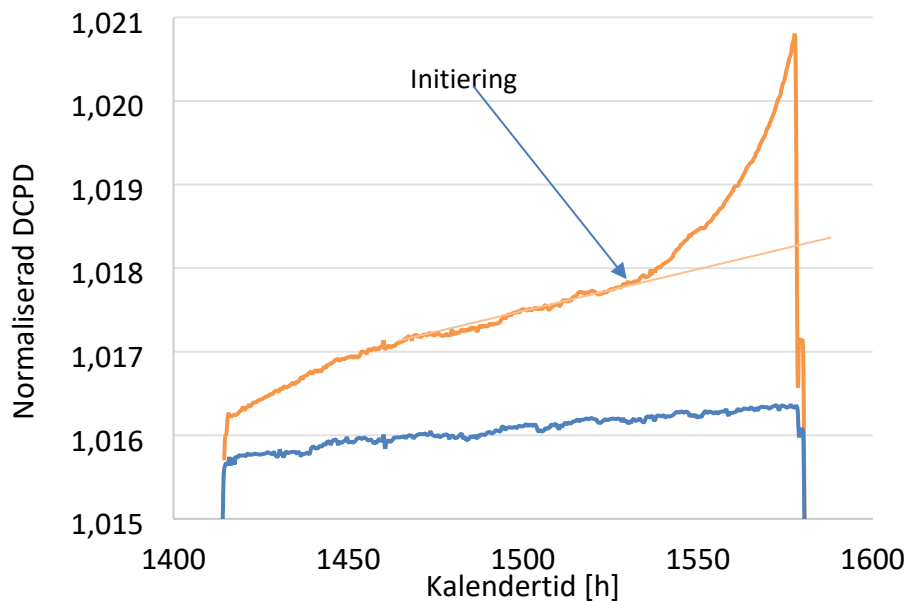


**Figur 12:** Normaliserad DCPD. Prov 3 (röd), prov 4 (orange) och referens (blå) och lastkurva (övre ljusblå kurva).



**Figur 13:** Detaljbild initiering av prov 3 (röd). Vidare visas prov 4 (grön), referens (blå) och lastkurva (övre ljusblå kurva).

Efter nedkörning och autoklavöppning demonterades prov 3 och ersattes med en dummyprovstav. Därefter återstartades autoklaven och prov 4 lastades åter till full last. Efter 1368 h effektiv provning initierade prov 4 och efter ytterligare 45 h avlastades provet vid 1413 h effektiv provning.



**Figur 14:** Normaliserad DCPD. Detalj av prov 4 (orange) med referens (blå). Intervallet visar omstart efter uttag av prov 3. Initiering detekterad efter 1368 h effektiv provning vid full last. DCPD-signalen faller kraftigt på grund av avlastning till 500 N.

Såväl vattenkemi som temperaturer och provstavslaster var, med undantag för den lilla temperaturspiken vid pumppreparationen, stabila och väl inom specifikation under provningen, se bilaga B.

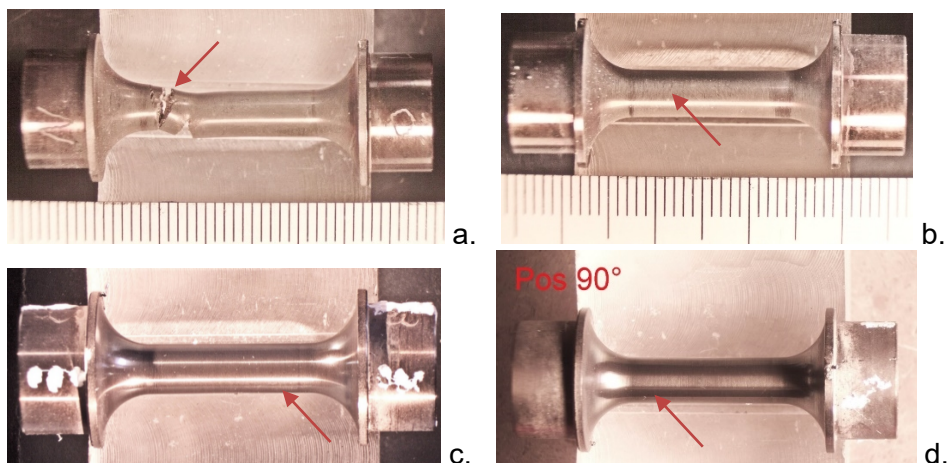
## Efterundersökningar

Efter provningen har respektive provstav inspekterats visuellt i ljusoptiskt mikroskop, samt undersökts med SEM. Sprickornas position, ytbrytande längd och typ har dokumenterats i enlighet med specifikationen i Round Robin.

För att bestämma sprickdjup och sprickmod genomfördes ytterligare undersökningar. Ett kompletterande bildunderlag finns i bilaga H.

En översikt av respektive provstav efter provning visas i Figur 15. De mindre sprickorna var generellt mycket svåra att detektera och SEM krävdes för att lokalisera dessa, vilket är mycket tidsödande. Förutom att sprickorna var mycket täta så bidrog även att de kvarvarande slip och polerrepor var orienterade i samma riktning som sprickorna. Om slutpoleringen skett vinkelrätt genom axiell polering hade sprickdetektionen förenklats avsevärt.

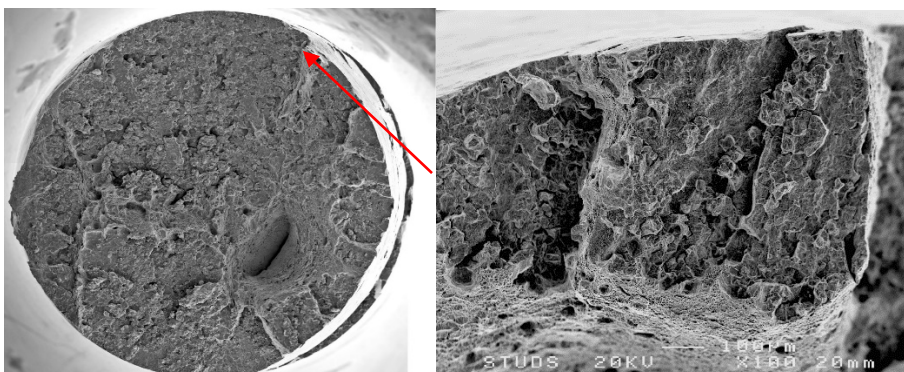
Från den laterala SEM-undersökningen av midjan valdes en tillräckligt stor spricka för respektive undersökning. Ett ämne innehållande sprickan kapades ut och avsett tvärsnitt frilades genom slipning med intermittent LOM-inspektion, följt av slutpolering. Undersökning utfördes på polerad samt vid behov försiktigt etsad yta för bestämning av sprickdjup, sprickmod och mikrostruktur kring sprickan.



**Figur 15:** Foto av Prov 1 (a), Prov 2 (b), Prov 3 (c), Prov 4 (d). Skala i mm. Pilar indikerar sprickposition på respektive provstav.

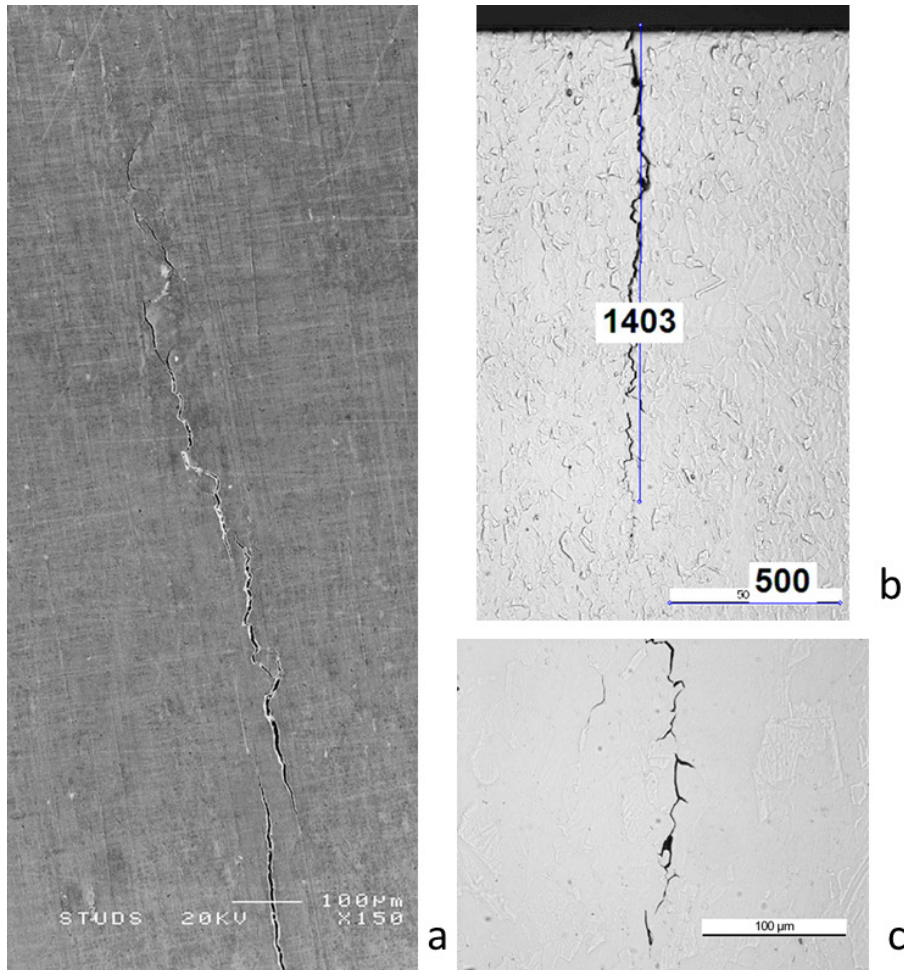
För att lättare kunna hitta sprickorna efter provning har några laboratorier låtit sprickningen fortgå relativt långt efter detektering, samt efter provning öppnat sprickorna genom att överlasta proverna.

Efter initiering i provstav 1 vid 810 h tillväxte provstaven fort och avlastades automatiskt. Efterutvärderingen visar att sprickningen för två sprickor är i princip genomgående, se Figur 15. Ytterligare några små sprickor finns i huvudsprickornas närhet, men inga sprickor i andra områden av provstaven. Fraktografi med avsikt att särskilja de snabba tillväxtzonerna från den långsammare SCC tillväxten, visar att signifikanta delar av brottytan har interkristallina drag. I brottytan, Figur 16, noteras ett flertal områden där SCC initierat och tillväxt till typiskt 0,8 mm längd och 0,6 mm djup, avgränsade av duktila områden. Största området med oavbruten SCC-tillväxt penetrerar uppifrån i Figur 16 och in till centrum av provstaven. I detta område finns dock några duktila tungor, vilka kan antas kopplas till den växelvis snabba deformationen.



**Figur 16:** Översiktsbild av brottyta i Prov 1 (a), med sprickinitieringsområde till höger i bild. Detalj av initierat område (b) enl. markering.

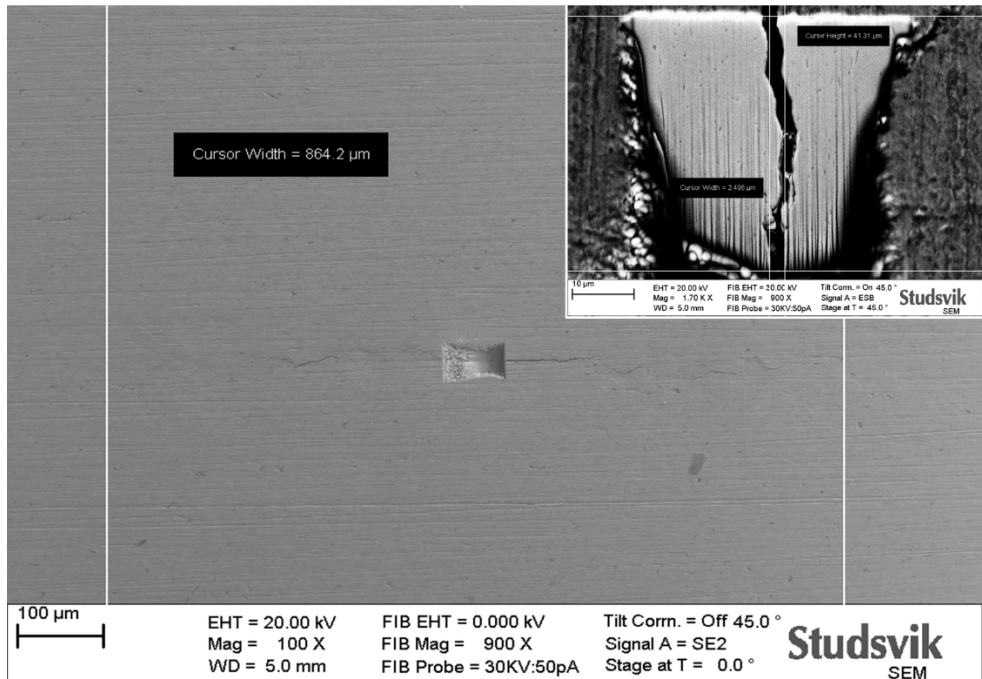
Provstav 2 initierade efter 1095 h och sprickorna var skönjbara i LOM. Figur 17 visar provstavsytan i sprickområdet med typiskt utseende för IGSCC. Den totala ytbrytande spricklängden är 1,5 mm, med längsta sammanhängande spricka på 780  $\mu\text{m}$ . Största sprickdjup slipades sekventiellt fram till 1,4 mm och är av huvudsakligen interkristallin karaktär, se Figur 17 b och c.



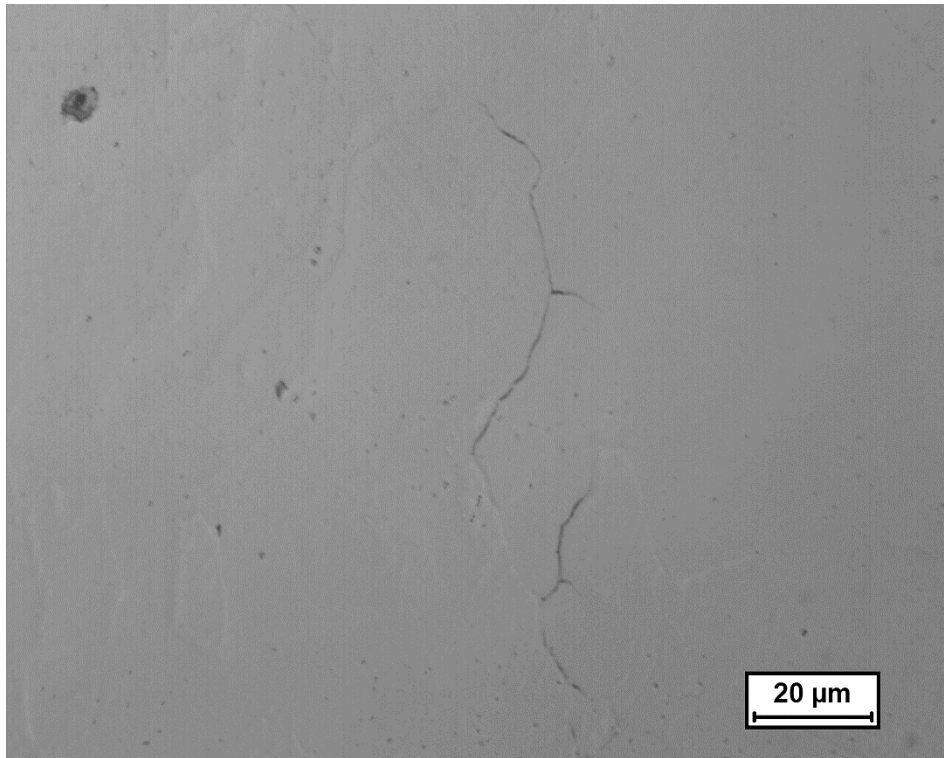
**Figur 17:** Prov 2, bild över sprickning på provyta (a), tvärsnittsbild på djupaste positionen (b), och detaljbild på sprickspets (c).

Provstav 3 initierade efter 1220 h provning med en mycket tydlig indikation i DCPD och tilläts endast 28 h tillväxt innan avlastning. Efterutvärderingen visade sig vara svår, och efter mycket letande med SEM hittades en 100 μm lång ytbrytande spricka. För en så liten spricka kunde inte den framtagna friläggningstekniken användas utan stor risk att sprickan slipas bort. Beslut togs därför att med Focused Ion Beam (FIB) jonsputtra fram ett tvärsnitt av sprickan. Vid upprepade SEM med avsikt att FIBa fram tvärsnittet, visade det sig att utöver den tydliga huvudsprickan består den av ett nätverk hårfina sprickor som förgrenar sig över en längd av 860 μm, se Figur 18, och detaljer i bilaga H. Trots detta gjordes ett försök att FIBa fram sprickan, se inflikad bild i Figur 18. Sprickan var dock för djup och slipades därefter fram. Det totala djupet visade sig vara 1,1 mm och en typisk spänningskorrosions-spricka framträdde.





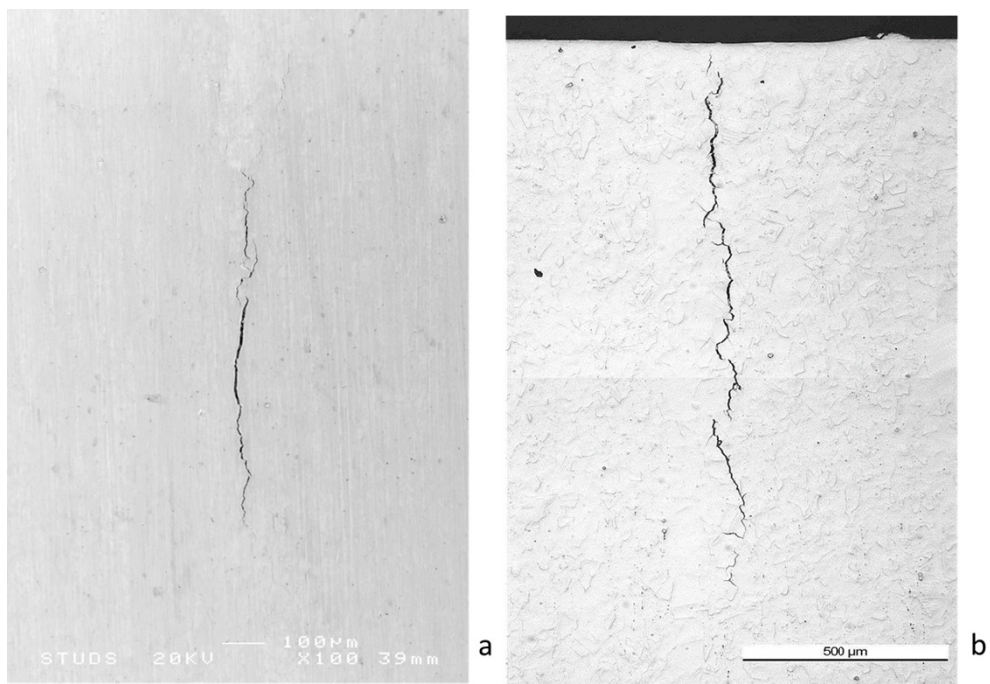
**Figur 18:** Prov 3, bild av spricka på provytan med FIBat område inkluderat. Inflikat ses FIB-tvårsnittet i backscatter-mode, spricköppning cirka 2,5  $\mu\text{m}$ .



**Figur 19:** Prov 4, LOM-bild polerad provstav på cirka 0,5 mm djup. Totalt sprickdjup uppskattas till 1,1 mm.

Provstav 4 hade den längsta initieringstiden på 1368 h och avlastades 45h efter initiering. Den ytbrytande spricklängden mättes till 1,0 mm, se figur 20a. Från tvärsnittet, figur 20b, ses som för övriga provstavar en interkristallin spricka typisk för

IGSCC och största sprickdjup uppmättes från den sekventiella slipningen till 1,5 mm.



**Figur 20:** Prov 4, bild över sprickning på provyta (a), tvärsnittsbild på djupaste positionen (b).

# 5. Round Robin – Jämförelse av data

Vid ICG-EAC mötet 2018 [10, 11] presenterades en slutlig sammanställning av data från de 10 labb som bidragit med provresultat.. En mer utförlig sammanställning av resultaten, samt beskrivning av best practice för initieringsprovning, har givits ut i form av tidskriftsartikel [1]. Nedan görs en jämförelse mellan de deltagande labben baserat på presentationen från ICG-EAC mötet 2018, samt personlig kommunikation med organisatörerna.

Några genomförde försök vid avvikande temperaturer. GE, SJT och PNNL genererade data vid 360 °C och GE även data vid 325 °C. Dessa data är därför normaliserade till 350 °C. Normaliseringen gjordes med en ansatt aktiveringsenergi på  $Q=140$  kJ/mol.

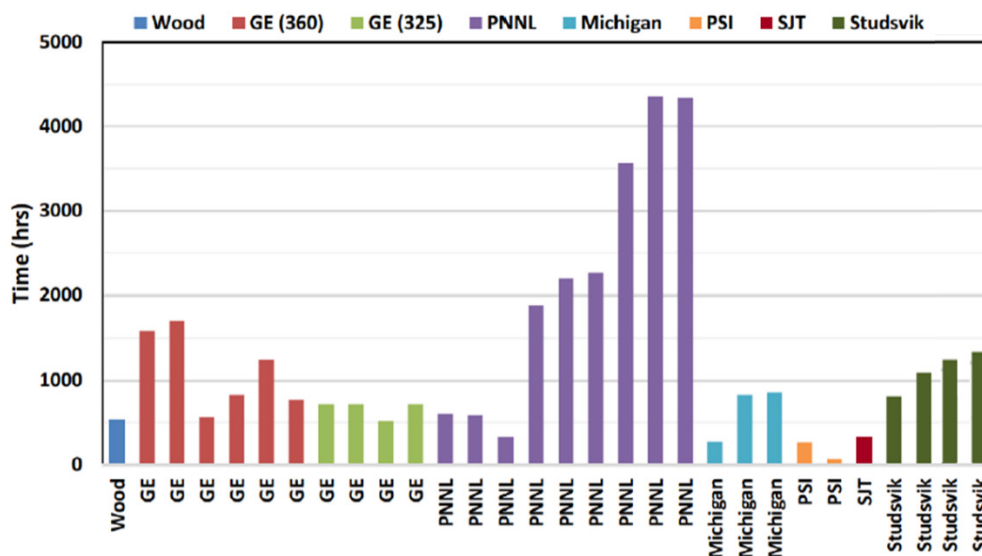
Resultat från de provningsserier som utfördes (de tre olika plåtarna) sammanfattas i Tabell 6. Den totala provvolymen omfattar 65 provstavar och initieringstiderna sprider som väntat kraftigt. Skillnaden i medelinitieringstid mellan de olika materialen är också signifikant. En genomgång av respektive provserie följer nedan.

**Tabell 6:** Sammanfattning resultatet från alla provade provstavar inom Round Robin. Resultaten är uppdelade på respektive provad Alloy-600 plåt.

<b>Material</b>	<b>1</b>	<b>2</b>	<b>3</b>
<b>Antal provstavar</b>	27	27	11
<b>Min. initieringstid</b>	70	27	1418
<b>Max. initieringstid</b>	4363	1131	2800
<b>Medel initieringstid</b>	1270	314	1922

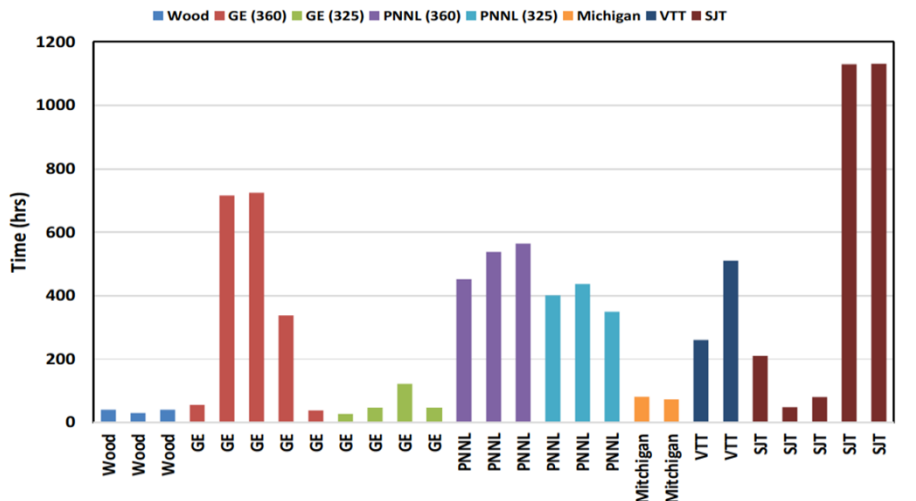
Alla laboratorier skulle enligt specifikationen i Round Robin testa material 1 från PNNL. Eftersom syftet med Round Robin är en jämförelse mellan labben så fokuserades Studsviks provning på detta material. Alla laboratorier har tyvärr inte provat anvisat material 1, men de 7 laboratorier som gjort det presenteras i Figur 21. Medelvärdet för alla initieringstider är 1270 h, väl överensstämmande med utfallet 1120 h från Studsviks provning.

Data är generellt väl sammanhållna, men en viss bias kan ses för några labb. PSI och SJT har mycket korta initieringstider men antalet datapunkter är för begränsat för att långtgående slutsatser skall kunna dras. Det stora antalet data med lång initieringstid ska enl. J. Stairmand [10] kunna förklaras av att PNNL i ett antal försök omedvetet använt en lägre last än avsett. Officiell verifikation på detta finns dock inte ännu.



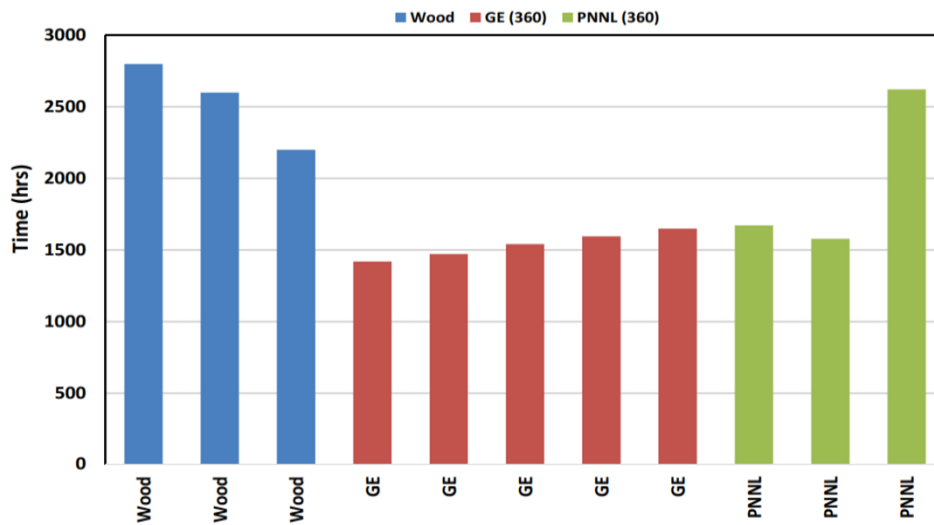
Figur 21: Tid till initiering i Material 1 för alla bidragande laboratoriers prover. Modifierad graf från [10].

Material 2 levererat av EPRI/GE har en kortare medelinitieringstid än material 1, samt en mycket större spridning av initieringstiderna. Dessa följer en bimodal fördelning med två olika populationer, en med <100 h initieringstid och den andra med >200 h. Det är huvudsakligen kopplat till stora lokala variationer i materialet och är inte relaterat till provningsgenomförandet.



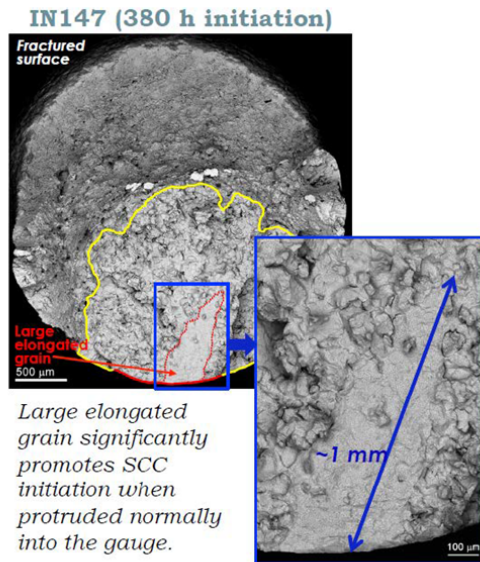
Figur 22: Tid till initiering i Material 2 för bidragande laboratorier.

Material 3 levererades av Rolls Royce och provades endast Wood, GE och PNNL. Detta material ger längre initieringstider med en medelinitieringstid på 1922h och spridningen mellan proverna är liten.



Figur 23: Tid till initiering i Material 3 för bidragande laboratorier.

Round Robin noterar att förekomsten av stora korn, och korn som penetrerar ytan vinkelrätt mot densamma förekommit i flera av brottytorna på provstavarna med kortast initieringstid, exempelvis från PNNL, se figur 24 **Error! Reference source not found.** Detta nämns som ett problem för Material 1, men utgående från EBSD-data så förefaller skillnaden mellan material 1, och övriga snarare härröra från en generellt fin kornstorleksstruktur, men med bandning av stora korn, se Figur 4. Figur 5 visar material 2 och 3 som har jämnare kornstorlekar med huvudsakligen stora korn. Största spridningen i utfall har dock Material 2. Dessa frågor kommer förhoppningsvis att redas ut i den planerade tidskriftsartikeln.



Z. Zhai, PNNL

Figur 24: Exempel på provstav med låg initieringstid kopplat till stora korn. Datapunkt från PNNL [10].

Vidare är en stor variation i initieringstid noterad mellan olika områden i plåtarna vilket härrör från lokala mikrostrukturella variationer. För att erhålla en representativ initieringstid bör därför olika områden i plåten provas.

Lessons learned så som formulerat av Round Robin administrationen är

- Metodens lämplighet
  - Metoden ger kvantitativa data med en provningsmetod som många laboratorier kan genomföra
  - Specifikationen gav tydliga instruktioner till labben och få förtydliganden efterfrågades.
  - För lämpliga material har konsekventa data erhållits för flertalet laboratorier
- Provningsförhållanden och provstavsdesign
  - Inget tyder på skillnader i provningsutfall mellan provstavsgeometrierna
  - 320 °C är för lågt för att få rimliga initieringstider. 350 °C eller helst 360 °C är att föredra
  - Om initieringsdetektering är viktigt, använd upplösningsbehandlat material (undvik korngränskarbider som bromsar SCC).

## 6. Slutsatser

Studsvik har inom ramarna för ICG-EAC Round Robin på Alloy 600 provat en serie om fyra provstavar. Round Robin specificerade provningsparametrar, provstavstillverkningsparametrar och levererade material i form av ett kalldeformerat ämne. I Round Robin inkluderades därför inverkan av såväl provstavstillverkning som provning och utvärdering.

För Studsviks provning valdes Material 1. Utfallet var väl sammanhållet med medelinitieringstid på 1120 h, se tabell 7. Detta är nära medel för Round Robin, 1270 h. Provningsresultatet visade även att för denna raka provstavsgeometri kan sprickor på enstaka tiondels mm ytbrytande längd enkelt detekteras med DCPD.

**Tabell 7:** Sammanfattning av försöket i Studsvik.

Provstav #	1	2	3	4
Initieringstid (h)	810	1095	1220	1368
Total ytspricklängd (mm)	12	0,78	0,86	1,0
Sprickdjup (mm)	2,5*	1,4	1,1	1,5

\*I det närmaste genomgående spricka.

Huvudslutsatserna från Round Robin är:

- Den valda metoden kan generera kvantitativa data för SCC-initiering och kan användas som standard, med ett stort bibliotek referensdata tillgängligt
- Material från flera områden måste provas för att få ett representativt utfall

## 7. Erkännanden

Detta projekt har finansierats av Strålsäkerhetsmyndigheten (SSM), Forsmark Kraftgrupp AB, OKG AB, Ringhals AB och Studsvik Nuclear AB.

Rapportförfattaren vill tacka alla dem som hjälpte till i projektet.

Björn Forssgren, Ringhals AB och Peter Ekström SSM var kontaktpersoner för projektet.

Joakim Johansson var sammanhållande för autoklavbyggnaden, förarbetet och uppstart av första provningen.

Adam Ögren och Oscar Lemón har stått för konstruktion och omklassning av tryckkärlet.

Peter Gillén har bidragit i mycket stor utsträckning till framtagningen av den aktuella mätutrustningen och metoden. Speciellt gäller detta utformningen av styrprogrammet.

Timo Jokinen har ansvarat för installation av prover och daglig drift.

Henrik Nilsson och Roger Lundström gjorde provprepareringen vid för- och efterundersökningen, samt LOM och SEM.

Olof Tengstrand gjorde FIB-undersökningen på sprickorna i prov 3.

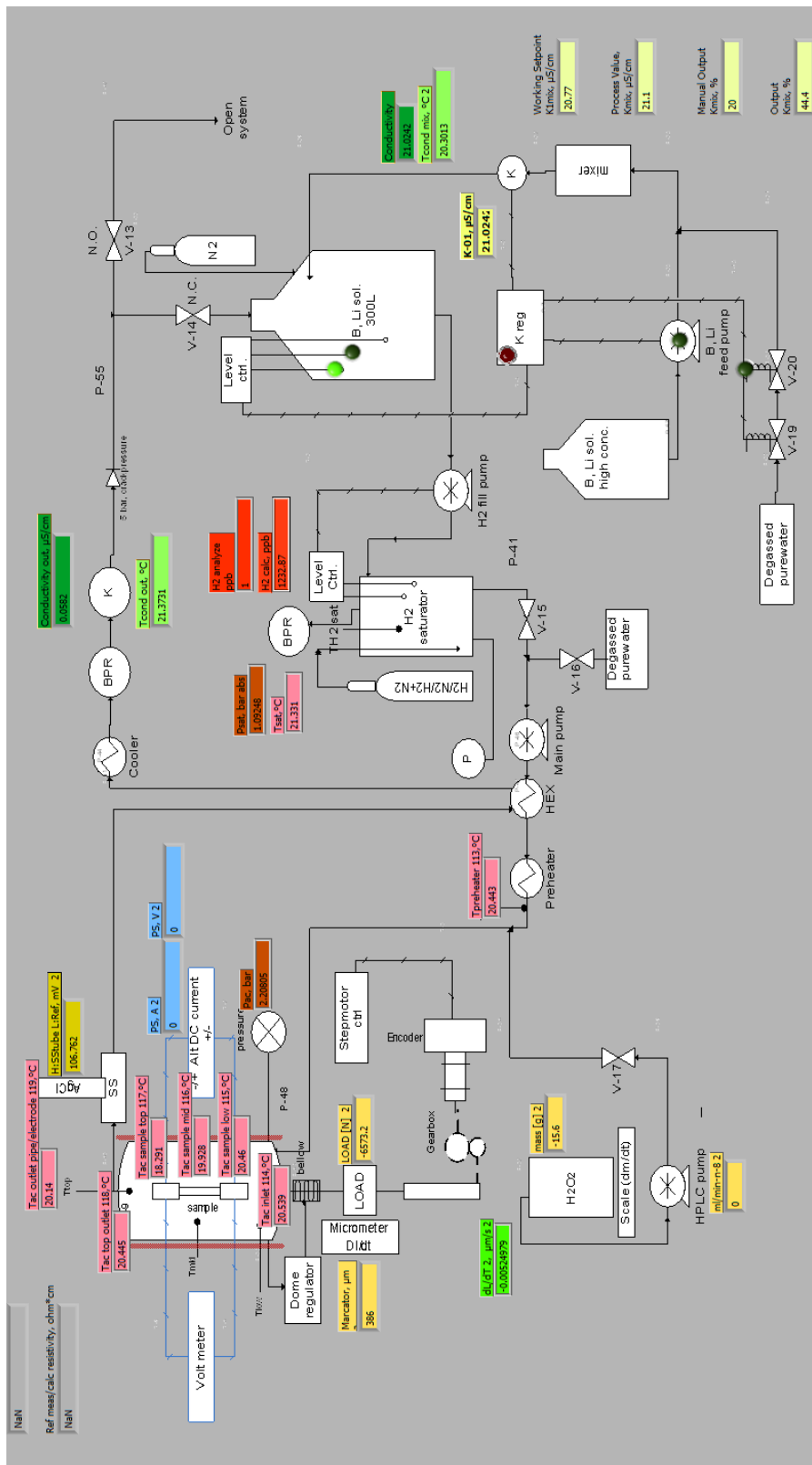
Dessutom har flertalet medarbetare vid Studsviks labb bidragit till projektet på många sätt.



## 8. Referenser

1. Meadows, P. J., et al. (2020). "International Round-Robin on Stress Corrosion Crack Initiation of Alloy 600 Material in Pressurized Water Reactor Primary Water." *CORROSION* **76**(8): 719-733
2. Edward Richey, D.S.M., and Robert A. Etien. *SCC INITIATION TESTING OF NICKEL-BASED ALLOYS IN HIGH TEMPERATURE WATER*. in *13th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems*. 2007. Whistler, British Columbia
3. Edward Richey, D.S.M., and Maureen K. Schurman, *SCC INITIATION TESTING OF NICKEL-BASED ALLOYS USING IN-SITU MONITORED UNIAXIAL TENSILE SPECIMENS*, in *Proceedings of the 12th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power System – Water Reactors*. 2005, TMS.
4. Robert A. Etien, E.R., David S. Morton, and Julie Eager, *SCC INITIATION TESTING OF ALLOY 600 IN HIGH TEMPERATURE WATER*, in *15th International Conference on Environmental Degradation*. 2011, TMS.
5. Edward Richey, D.S.M., and Robert A. Etien. *SCC INITIATION TESTING OF NICKEL-BASED ALLOYS IN HIGH TEMPERATURE WATER*. in *13th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems– Water Reactors* 2007. Whistler, British Columbia
6. Edward Richey, D.S.M., and Maureen K. Schurman. *SCC INITIATION TESTING OF NICKEL-BASED ALLOYS USING IN-SITU MONITORED UNIAXIAL TENSILE SPECIMENS*. in *Proceedings of the 12th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power System – Water Reactors*. 2005. TMS.
7. Mychailo B. Toloczko, M.J.O., Ziqing Zhai, Stephen M. Bruemmer. *STRESS CORROSION CRACK INITIATION MEASUREMENTS OF ALLOY 600 IN PWR PRIMARY WATER*. in *17th International Conference on Environmental Degradation of Materials in Nuclear Power Systems – Water Reactors* August 9-13, 2015, . Ottawa, Ontario, Canada.
8. Johan Öijerholm, P.G., *Initiering av spänningskorrosion – Instrumenterad SSRT-provning*, in *Studsvik*. 2010.
9. Öijerholm, J., *Undersökning av störkänslighet vid instrumenterad SSRT-provning för initieringsstudier*. 2012.
10. Stairmand, J., *ICG-EAC Round Robin 2014-2018*. 2018.
11. Stairmand, J., *Personal Communication*. 2018.





## Round-Robin on stress corrosion cracking initiation in Alloy 600

### Aim

It is known that Alloy 600 can be susceptible to initiation of stress corrosion cracking in good quality primary coolant, particularly following certain heat treatments and/or in the cold worked state. The aim of the Round Robin exercise is for participating labs to generate data on a common batch of material using common test techniques. The collated data from participating labs will then enable data scatter to be measured and will be a valuable benchmark to indicate the reliability of data. For this exercise to succeed, it is preferred that PARTICIPATING LABS SHOULD COMPLY WITH THIS SPECIFICATION AS FAR AS POSSIBLE. It is recognised that the Round-Robin exercise is not funded by ICG-EAC, but will be entirely funded by the customers of the participating labs, and that they may have conflicting requirements for the specification of the test. Therefore, where compliance with this specification is not possible, PARTICIPATING LABS SHOULD ADVISE THE RRWG (Round-Robin Working Group) OF ANY DEPARTURES FROM THE SPECIFICATION IN THEIR TESTS.

### Test material

Up to three test materials are available for testing. Participating labs should test material 1 as a minimum. If additional testing capacity is available in a participating lab, material 2 may also be tested. Finally, material 3 may become available at a later date. It is expected that a limited number of duplicates will be tested to enable scatter to be assessed.

The test materials will have been cold worked to 15% (nominal value). It will be necessary for participating labs to measure the proof stress (at test temperature) of the material supplied in order to derive the target test stress. As detailed below, material will be supplied as blocks sufficient to manufacture four test specimens. The extracted specimens may be used for measurements of crack initiation under load, or for resistivity measurements not under load or for measurements of the stress-strain characteristic. The combination is left to individual labs' discretion.

### Specimen geometry

Specimens should be extracted from the cold worked blocks in

the SL orientation using the notation indicated in Figure 1. This will involve the axis of the tensile specimen indicated in Figure 2 being the 41mm (nominal) dimension of the block provided. It is intended that the tests should be undertaken using button-headed tensile-type specimens. An acceptable specimen design is detailed in Figure 2 (SI/SK/6420 modA). An alternative specimen geometry is the reduced gauge section button headed specimen with a low strain region for reference probes, illustrated in Figure 3. It will be the responsibility of the participating laboratory to machine the specimens.

Since crack initiation is a surface-dominated phenomenon, control of surface condition by specimen manufacture is essential. The following procedures (or equivalent) should be followed as closely as feasible in participating laboratories:

- 1) The final surface cut used by the lathe should be no greater than 0.002 inches (0.05mm) at a feed rate of 0.001 inches per revolution (0.03mm per revolution). The axial travel rate should be no more than 6 inches per second (10m per minute).
- 2) Following lathe forming, the surface should be lathe polished in the following sequence
  - a) 400 grit CIMA (800 grit ISO) sandpaper with lapping oil or water.
  - b) 6 $\mu$ m diamond paste applied with fine grade polishing felt.
  - c) 1 $\mu$ m diamond paste applied with fine grade polishing felt.

Final polishing should be continued for about 1 minute with application of progressively lighter pressure. If sandpaper polishing alone is used (not preferred) it should be implemented down to 1000 grit CIMA (2000 grit ISO). The method used for polishing the specimens should be reported.

### **Monitoring of specimens in test facility**

Direct Current Potential Difference (DCPD) should be used to measure initiation and the early stages of crack growth. It will be important to include resistivity correction (see below). Use of a reference electrode and/or a Pt electrode is recommended for electrochemical potential monitoring. In order to aid reconciliation of data from different labs, the specimen arrangement within the autoclave should be photographed.

### **Arrangement of specimens in test facility**

The specimens may be tested either singly or in a serially loaded chain. It should be noted that in the high temperature test environment Alloy 600 exhibits a drift in electrical resistivity. For a specimen with the geometry shown in figure 2, a reference specimen (not subjected to load) of identical material (with the same

level of cold work), exposed to identical environmental history must therefore be used to quantify this drift and enable corrected DCPD to be derived. A specimen with the geometry shown in figure 3 comprises a reduced load section which may be used for monitoring changes in electrical resistivity. Where a drift-correction specimen is used, it should be replaced after each test.

## Environmental conditions in test facility

For laboratories that are able to achieve it, the test temperature should be 350°C. If this is not feasible, the alternative test temperature of 320°C may be used. It is planned for at least one lab to undertake tests at both these temperatures such that an activation energy may be estimated. This will then be used to extrapolate test data to a 350°C benchmark. Particularly for laboratories intending to use tall autoclaves, the axial temperature profile in the autoclave should be ascertained so that the effective exposure temperature of each specimen is known.

For simulation of PWR conditions (preferred environment), the water composition should be 2ppm lithium (as LiOH) at a room temperature pH of 10.0 - 10.5. In addition, boric acid should be added as 1000ppm boron (then the pH will shift to 6.48 at 25°C). The concentration of anionic species should be as low as reasonably practicable, and preferably <20ppb Cl<sup>-</sup> and SO<sup>2-</sup>. The target electrochemical potential is at the Ni/NiO transition (with a preference to being at a slightly higher ECP<sup>†</sup> but by no more than 5mV). For the test temperature of 350°C the hydrogen content should be

19.7cc H<sub>2</sub>/kg H<sub>2</sub>O (= 1.76 ppm DH) at STP (maximum 23.8 cc H<sub>2</sub>/kg). Values at other temperatures are provided in the table below.

Temperature (°C)	290	300	310	320	330	340	350	360
[H <sub>2</sub> ] (cc/kg)	4.3	5.5	7.1	9.2	11.8	15.3	19.7	25.5

For simulation of BWR conditions (alternative non-preferred environment), high-purity water at 350°C containing 2,000ppb dissolved oxygen should be used. The concentration of sulphate in the test water should be in the range 10-30ppb. Graphite wool with a crevice arrangement should not be used.

## Startup of test

The feedwater should be introduced to the cold autoclave and

then heated to the required operating temperature with a minimum controlling load applied to the specimen chain. The autoclave should then be allowed to settle until the composition of the discharge water is within specification and the DCPD stable (references fully compensating after initial higher drift typically seen). After this period a constant load should be applied to the specimen(s) for the duration of the test. The load applied to the specimen(s) should target a stress on the gauge section of the specimen greater than the 0.2% proof stress at test temperature for the cold worked material supplied (e.g., stress at 1% higher strain). The load should be increased from low/no load condition to the target load by gradually applying the load over a period of not less than 2 hours. Due allowance must be taken of any pressure loading on the specimen and of seal resistance when calculating the applied load required to achieve the test stress.

### **Operation of tests**

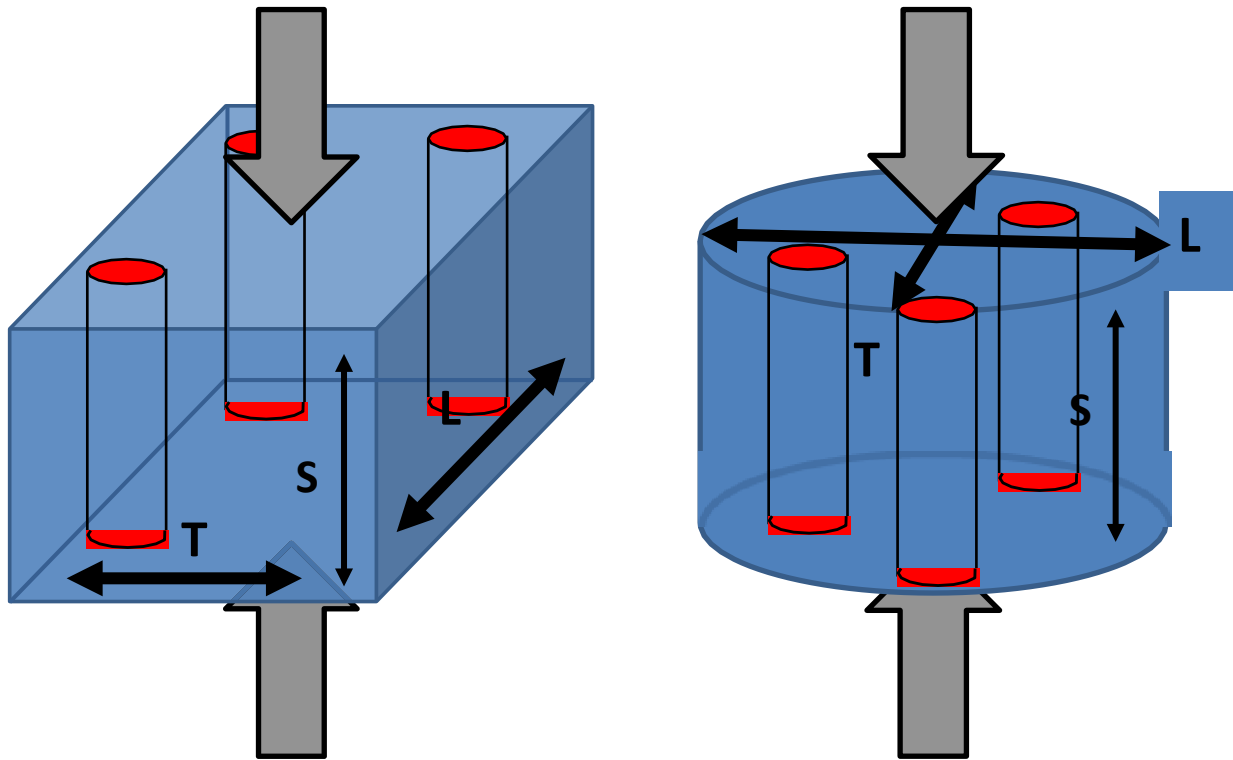
It is anticipated that the time to initiation is likely to be about 1,500 hours and may be up to 3,000 hours (at 350°C). The initiation of cracking should be ascertained by observation of an increase in the slope of the DCPD voltage versus time chart. The test should be continued for a period following initiation. This period is at the discretion of the participating lab and will depend on material susceptibility and specimen size. A period of at least 100 hours (and preferably longer) is suggested. Testing at 320°C will increase the initiation time 3→4 fold.

During the test the following data should be recorded:

- 1) DCPD signals from the test specimen and reference specimen (or reference region of the test specimen),
- 2) autoclave temperature,
- 3) applied load,
- 4) pressure,
- 5) electrochemical potential.

Periodic analysis of water composition should be undertaken, as well as dissolved oxygen or hydrogen concentrations (and a method for controlling these species reported). It is preferred that load cycling and variation of load are not performed. Any load fluctuations, system instability or test interruption should be documented. Following the end of the test, specimens should be examined for evidence of cracking. Imaging should be undertaken by optical microscopy as a minimum, and preferably should also include SEM analysis. A representative number of any cracks observed should be imaged and surface crack length reported. If feasible, crack sectioning to provide crack depth information would be advantageous.

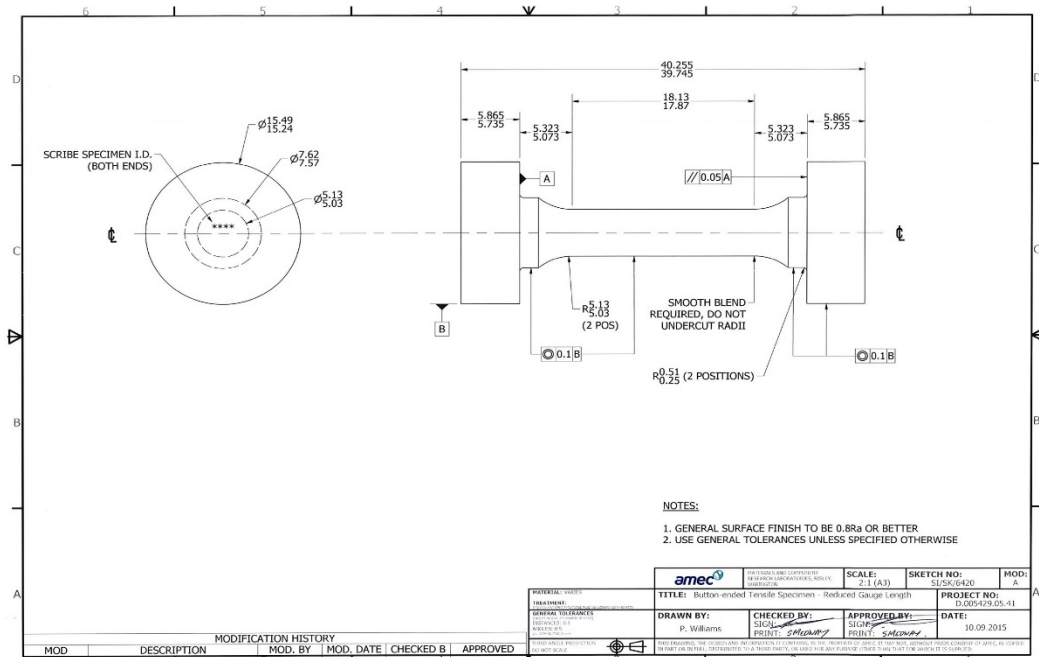
Figures



**Figure 1: Orientation for extraction of tensile specimens.**

*Note that T and L are synonymous in forged material, and L does not represent the axis of the bar.*





**Figure 2: Sketch of specimen geometry.**



**Figure 3 : Alternative specimen design with reduced gauge length and low strain (larger diameter) region for reference of potential drift.**

## PNNL Alloy 600 Heat NX6106XK-11 Information

This is a 50 mm thick Special Metals plate heat with Certified Materials Test Report shown at the end of this document. The following information about the material was provided by Special Metals:

*This plate was mill annealed at 1700°F (927°C) for 3.5 hours followed by water quench. This plate was not supplied as "solution annealed". It was "annealed" as described in ASTM B168 to which the plate was certified. Solution annealed plate would not meet the tensile strength requirements of ASTM B168. We typically batch anneal heavy section products for one hour plus one hour for inch of section thickness. Water quenching was used to facilitate production. Also, for heavy section products which cool slowly in air, carbide precipitation occurs in the 1100 to 1500°F range. Water quenching reduces the time in that precipitation range. Excessive precipitation can compromise tensile ductility that is also a requirement of the ASTM specification.*

Examples of the grain structure in the mid-thickness of the etched plate in Figures 1-4 show grain size inhomogeneity and banding. Excluding the very large ballooned grains, the grain size ranges from ~20-100  $\mu\text{m}$ . The ballooned grains appear to be able to reach lengths approaching 500  $\mu\text{m}$  and heights of 150  $\mu\text{m}$ . As shown in Figure 5, both TG carbides on prior grain boundaries and a non-uniform distribution of IG carbides were observed in this material. The TG carbides that affect the etched material appearance may be affecting the perceived grain size in the optical images, and additional SEM examinations are underway to clarify this.

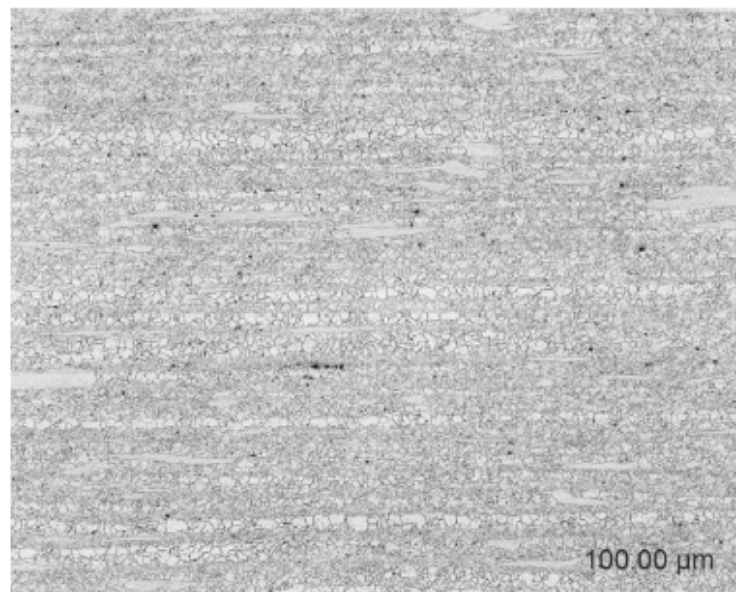


Figure 1. 25x optical image of the grain structure of NX6106XK-11 in the mid-thickness.

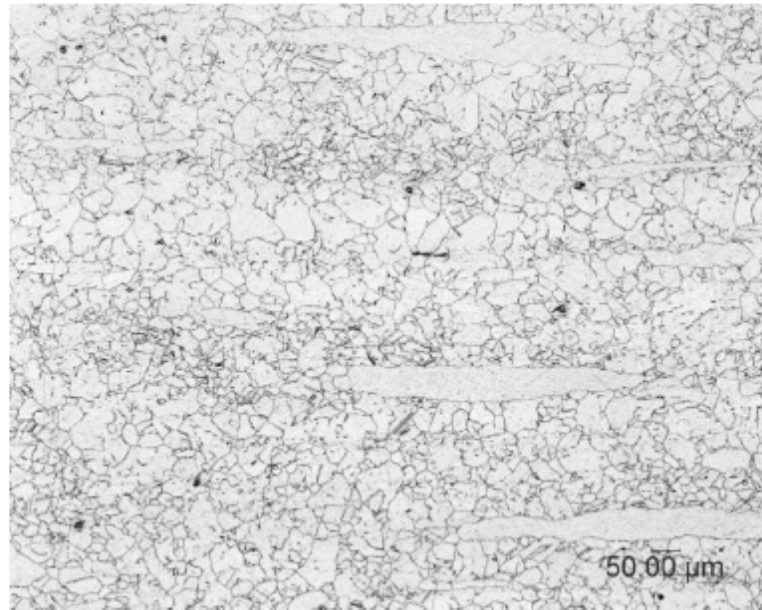


Figure 2. 100x optical image of the grain structure taken within the region presented in Figure 1.

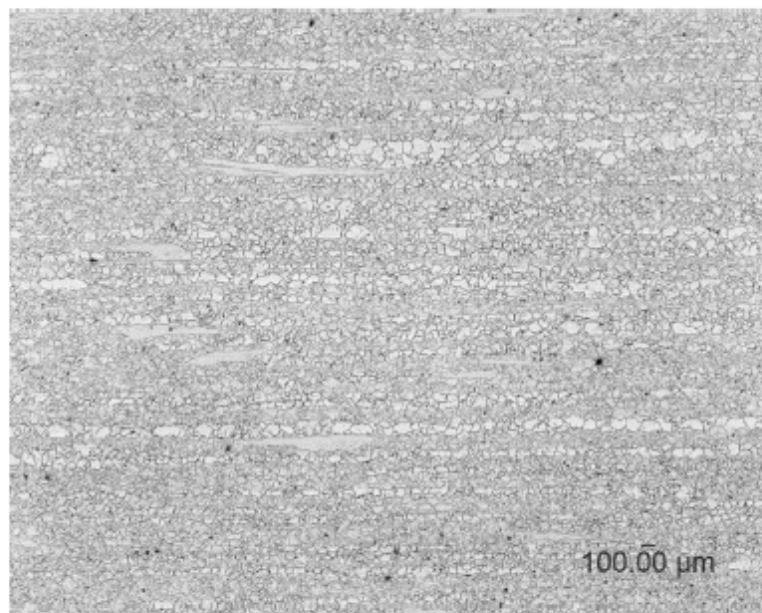


Figure 3. Another 25x optical image of the grain structure of NX6106XK-11 in the mid-thickness.

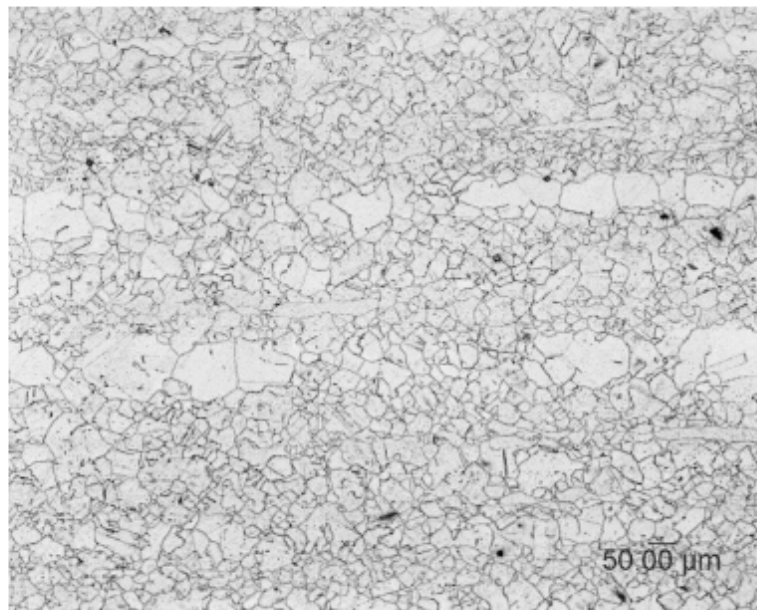


Figure 4. 100x optical image of the grain structure taken within the region presented in Figure 3.

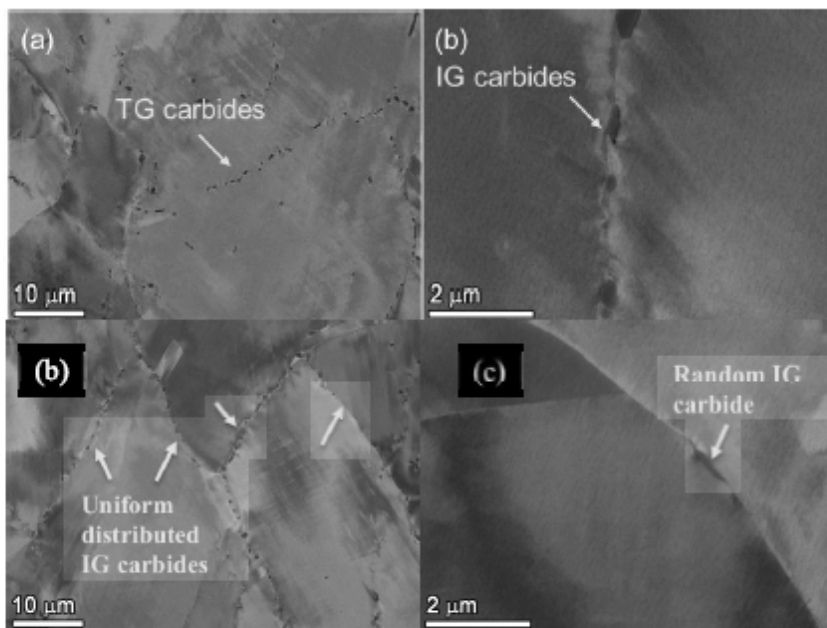


Figure 5. SEM-BSE images illustrating (a) TG carbides (typically along prior grain boundaries), (b) a regular distribution of IG carbides, and (c) isolated IG carbides in NX6106XK-11.

*SOC Initiation*

---

**“Material 2”  
GE-EPRI Alloy 600 for Crack Initiation  
Round Robin**

**Peter L. Andresen**

**November 2015**

---

## *SOC Initiation*

### **Heat of Alloy 600 from Foroni**

- Martin Morra identified an improved, homogeneous heat of Alloy 600 from Foroni, which recently arrived. 6" diameter bar.
- As-received microstructure is homogeneous, but not fully annealed (950°C for 3 h, WQ).  
Does not yield high GB coverage after 704°C – 12 h – Air Cool.
- Optimal microstructure:  
1100°C – 30 min – WQ solution anneal, and  
for TT: subsequent 704°C – 12 h – Air Cool thermal treatment.
- Roughly 250 µm grain size. Strength in 330 °C air:
 

SA Form:	YS = 191 MPa,	TS = 498 MPa
TT Form:	YS = 156 MPa,	TS = 484 MPa
SA+15%CW:	YS = 372 MPa,	TS = 538 MPa
TT+15%CW:	YS = 343 MPa,	TS = 516 MPa

One of 2 or 3 materials to be used for the ICG EAC Round Robin

SOC Initiation

Pag. 1 of 1

Cert. n° 2015/2026  
Rev. 0  
Date 13/02/15

### CERTIFIED MATERIAL TEST REPORT

Inspection certificate EN 10204-3.1

Customer: FORONI S.p.A. (F)  
21055 Costa Masera (VA)  
Italia

Material: FORONI METALS OF TESTOS, INC.  
UNS N06650

Order n°: 14.115 - Order confirmation  
Delivery condition: Forged, annealed and peened.

Specifications: ASTM B166-11 (chemistry only) as per order confirmation.

Product: 31807  
Order n°: 31807  
Heat: 14.115  
Product: UNS N06650

Material: 508  
Weight: 5.00 inches  
Length: 19" 11.00"

Inspection: 1  
RIP Date: 13/02/15  
Forging ratio: 5:8

STUDSVIK NUCLEAR AB

#### MECHANICAL TEST RESULTS

Element	Value	Unit	Specification	Remarks
<b>Mechanical properties</b>				
Yield strength	140	ksi	ASTM B166-11	
Tensile strength	180	ksi	ASTM B166-11	
Elongation	10	%	ASTM B166-11	
Reduction of area	60	%	ASTM B166-11	
Hardness	200	HB	ASTM E18	
<b>Chemical composition</b>				
C	0.01	%	ASTM B166-11	
Mn	0.45	%	ASTM B166-11	
Si	0.22	%	ASTM B166-11	
Cr	15.0	%	ASTM B166-11	
Ni	75.0	%	ASTM B166-11	
Mo	0.03	%	ASTM B166-11	
S	0.0005	%	ASTM B166-11	
P	0.0005	%	ASTM B166-11	
Cu	0.01	%	ASTM B166-11	
CO	0.01	%	ASTM B166-11	
AL	0.22	%	ASTM B166-11	
TI	0.2	%	ASTM B166-11	
B	0.002	%	ASTM B166-11	
FE	7.90	%	ASTM B166-11	

STUDSVIK NUCLEAR AB

#### METALLOGRAPHY

Test n°	Type	Result
1	Grain size	ASTM E112-13
2	Surface condition	ASTM E112-13
3	Corrosion test	ASTM E112-13
4	Micro examination	ASTM A864-07
5	Microstructure test	ASTM E45-13
6	Inclusions test	ASTM E45-13
7	UT	ASTM E2311-13
8	Visual check	ASTM E2311-13
9	Dimensional check	ASTM E2311-13
10	PMI check	ASTM E2311-13
11	Fatigue testing	ASTM E2311-13
12	Remarks:	Material not intended for use in aerospacelcraft applications.

STUDSVIK NUCLEAR AB

Blaga D.3

Daily System Manual  
MSQ Ed. 2003 Rev. 4 (07/01/2014)

B.C.D. Inspected  
M. Gallina

B.C.D. Chief

Material made in Italy.  
The material is in compliance with the mechanical specifications. Material produced according to the Quality System described in the FORONI S.p.A. MSD Manual.

Full or partial reproduction of this document is strictly forbidden.

**SOC Initiation**

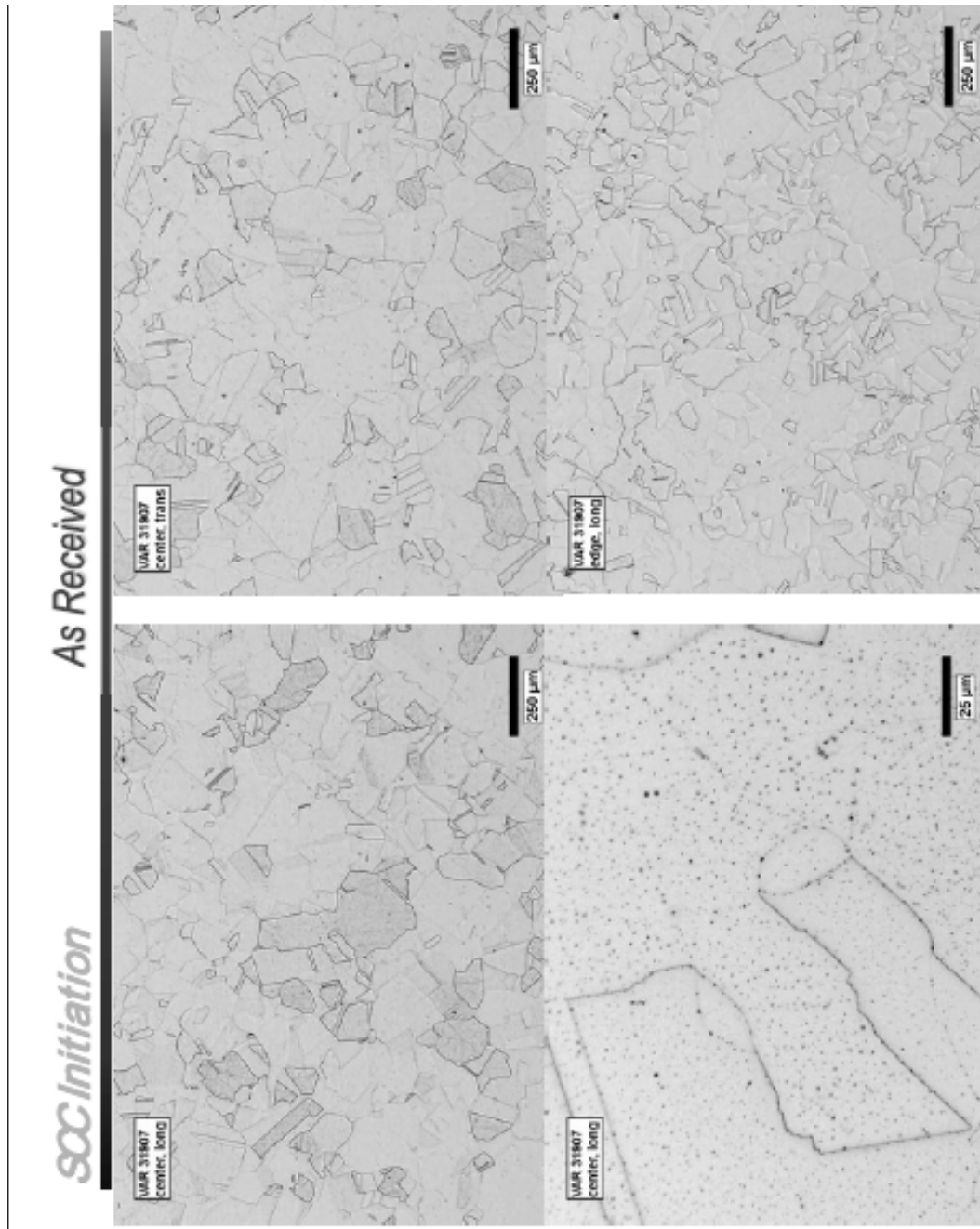
<b>AOD / VIDP n°</b>	07027	
<b>VAR / ESR n°</b>	31907	
<b>Steel making process:</b>	E.A.F./A.O.D. + V.A.R.	
<b>Chemical analysis</b>		
% w	Heat	Product
C		0,01
MN		0,46
SI		0,22
CR		15,6
NI		75,1
MO		0,03
S		0,0002
P		0,0092
CU		<0,01
CO		0,011
AL		0,22
TI		0,28
B		0,0023
FE		7,92

**VAR number: 31907**

**Final heat treatment:**

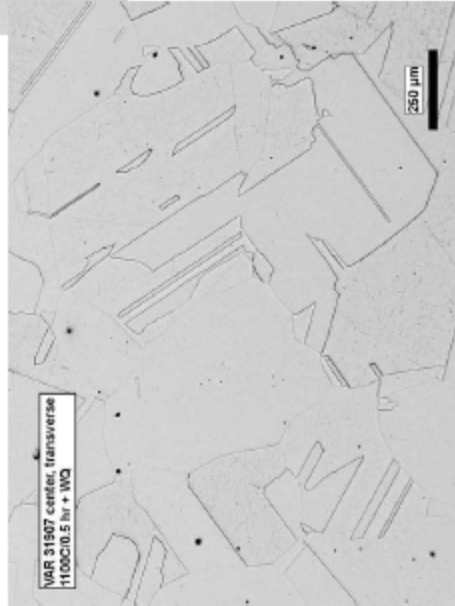
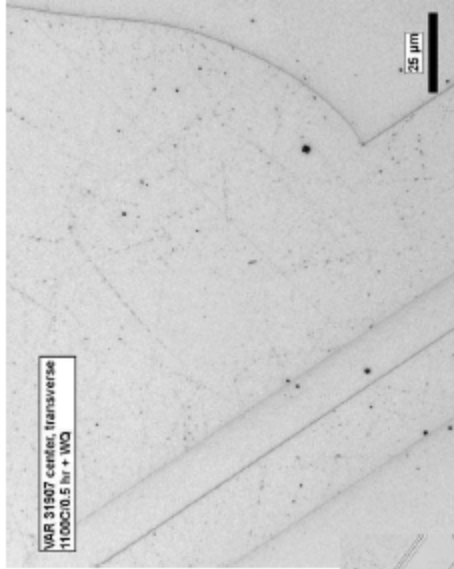
**1742 °F (950 °C) – 3 h - WQ**





SA = 1100°C / 30 min / WQ

*SOC Initiation*



*SOC Initiation*

## Test Materials

Specimen numbering within a 'condition' uses letters: 1A, 1B, 1C....

#1 – 600, 31907, SA, S-axial

#2 – 600, 31907, SA, 15% CF, S-axial

#3 – 600, 31907, SA+TT, S-axial

#4 – 600, 31907, SA+TT, 15% CF, S-axial

#5 – 600, NX6106XK, 15.8%CF, S-axial

String A	String B	String C
1	3	5
2-S	4-S	1-S
3-S	5-S	2
4	1	3
5	2	4

This is a 4-L autoclave.

"S" denotes specimens with shoulders.

Yellow = DCPD leads.

## Rolls-Royce Alloy 600 – Material Details

### 1) Fabrication/Heat Treatment

1. EAF and ESR melted; composition (see below)
2. Forged (upset and drawn) to form a disc, pierced and ring rolled.
3. Annealed at 950°C for 3-4h, air cooled, TT at 705°C for 15h, air cooled

### 2) Chemical Composition (Weight %)

	C	Si	Mn	P	S	Cr	Ni	Fe	Ti	Al	Cu	Co	B	Mg
<b>(Ladle Analysis) Top</b>	0,037	0,20	0,19	0,004	0,001	15,60	Bal	8,36	0,25	0,22	0,03	0,02	0,0002	TBC
<b>(Ladle Analysis) Bottom</b>	0,036	0,20	0,20	0,005	0,001	15,53	Bal	8,87	0,21	0,27	0,03	0,03	0,0002	TBC

### 3) Mechanical Properties (Room Temperature Tensile Tests – Post Solution Anneal: 950°C)

Location		Rp0.2 (MPa)	Rm (MPa)	Elong. (%)	R.A. (%)
Longitudinal 6°	Surface	302	644	42.4	63.3
	T/4	311	647	42.7	63.1
	T/2	310	644	42.4	63.8
Tangential 6°	Surface	300	662	38.6	62.9
	T/4	299	654	39.8	65.2
	T/2	302	639	39.8	65.6
Longitudinal 12°	Surface	298	647	42.6	62.9
	T/4	291	645	42.9	67.1
	T/2	290	644	44.4	65.7
Tangential 12°	Surface	320	669	39.7	62.0
	T/4	308	666	40.1	62.8
	T/2	311	652	40.8	61.6

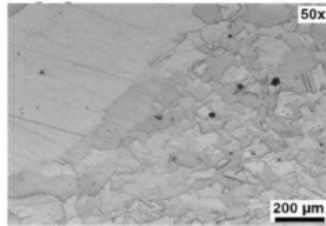
### 4) Grain Size

Test Location		Grain Size	
6°	0	30% 0 – 2	70% 5 – 7
	T/4	20% 0 – 2	80% 5 – 7
	T/2	20% 0 – 2	80% 5 – 7
	T	95% 0 – 1	5% 5 – 7
12°	0	5% 0 – 2	95% 5 – 7
	T/4	5% 0 – 2	95% 5 – 6
	T/2	5% 0 – 2	95% 5 – 7
	T	50% 0 – 2	50% 6 – 8
<b>Tensile Test</b>		15% 0 – 3	85% 5.5 – 8

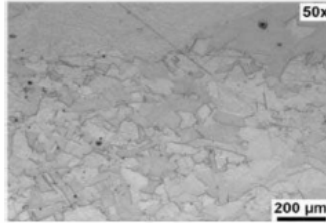
### 5) Microstructure

- Test Area A – Position: 6°°

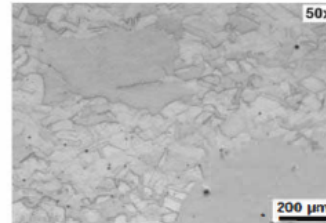
Outside diameter (0)



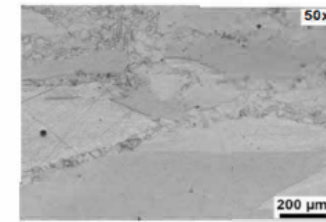
T/4



Mid thickness (T/2)

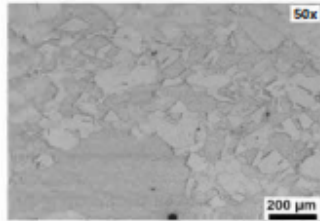


Inner diameter (T)

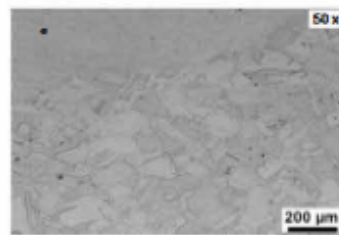


- Test Area A – Position: 12<sup>o</sup>

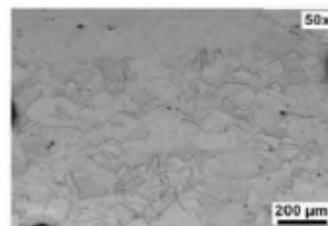
Outside diameter (O)



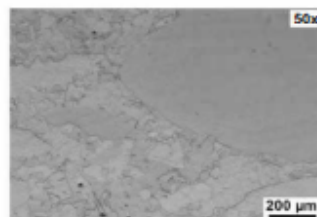
T/4



Mid thickness (T/2)



Inner diameter (I)



Studsвик AB  
Martin Björman

Rapport *Studsвик171011*  
Stockholm 2017-10-11

*Laborativverksamheten vid Institutionen för Hållfasthetslära har som uppdrag att understödja institutionens forskning och utbildning med experimentell verksamhet. Laboratoriet används även i forsknings- och utbildnings syfte tillsammans med andra avdelningar på KTH, externa företag och universitet.*

## Dragprovning

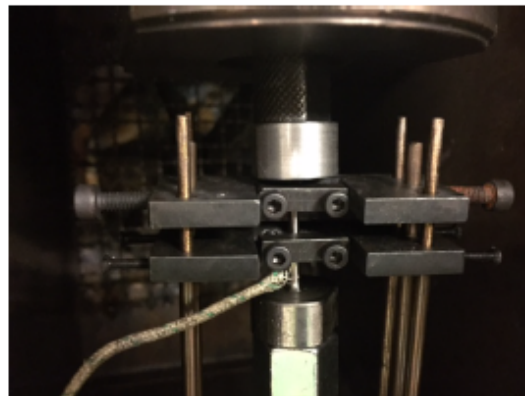
Dragprovning enligt ASTM E8 har utförts. 3 st. dragprovstavar levererades av uppdragsgivaren. Provtavarna åsattes interna löpnummer, se Tabell 1.

Tabell 1. Dragprovstavarnas dimensioner och löpnummer.

Löpnummer	$D$ /mm	$L_{tot}$ /mm	$L_c$ /mm
19845	2,47	33,99	20
19846	2,48	34,00	20
19847	2,47	34,00	20

## Provningsutrustning

Den servohydrauliska materialprovningssmaskinen MTS 4, 100 kN, användes. Kraften mättes med den inbyggda lastcellen och töjningen med två diametralt placerade LVDT-extensometrar med 9,90 mm mätlängd, se Figur 1. Kolvförskjutningen mättes med den integrerade positionsmätaren och provdata samlades in med hjälp av det egenskrivna programmet *TensileUn*. Lastmätkedjan kalibreras regelbundet. Extensometrarna kalibrerades manuellt med hjälp av maskinens positionsmätare. Temperaturen mätes på provstaven med hjälp av ett påsvetsat termoelement, se Figur 1.



Figur 1. Provningsuppställning.

1 (3)

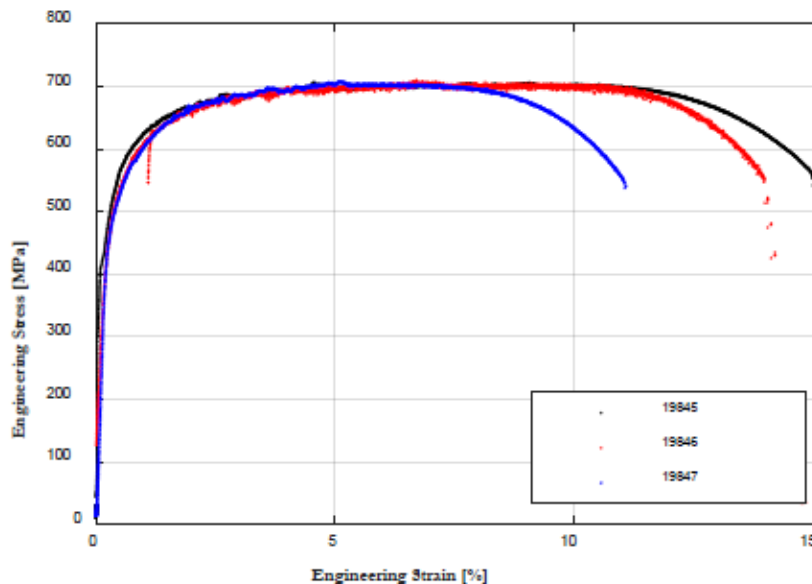


### Provning och utvärdering

Ugnen värmdes så att temperaturen på provstaven var  $350 \text{ }^\circ\text{C} \pm 1 \text{ }^\circ\text{C}$  konstant i 15 min innan dragprovets start. Uppvärmningen gjordes under kraftkontroll med 0.1 kN konstant kraft på provstaven. Provningen genomfördes med kolvhastigheten 0,005 mm/s. Detta ger töjnings- och spänningshastigheter väl inom de standardiserade gränserna. Utvärderingen gjordes med det egenskrivna programmet *Tensile test evaluation*. Detta utnyttjar extensometersignalerna så långt det går, beräknar egenskaperna hos uppställningen utanför den egentliga mätsträckan och beräknar med hjälp av detta töjningen ur kolvrörelsen då extensometrarnas mätområde överskridits. För provningsresultat se Tabell 2 samt Figur 2. Brottförlängningen mättes över hela provlängden (20 mm) efter brott.

Tabell 2. Dragprovresultat.

Provstavsnummer	$R_{p0.2}$ /MPa	$R_m$ /MPa	$E$ /GPa	Brottförlängning / %
19845	520	706	202	15,3
19846	514	710	198	14,5
19847	515	707	200	11,5



Figur 2. Samanställning av dragprovkurvor.

### Noteringar

Spredningen mellan provstavarna i  $E$ ,  $R_{p0.2}$  och  $R_m$  anses vara liten. Brottförlängningen skiljer mellan provstavarna, se Tabell 2 och Figur 2.

Provstav 19845 blev skadad på ytan vid monteringen av termoelementet, se Figur 3. Detta verkar inte ha haft inverkan på  $R_{p0.2}$  och  $R_m$ , men det är möjligt att detta har kunnat påverka brotfförlängningen.



Figur 3. Skadad yta på provstav 19845.

En liten elastisk avlastning, troligen p.g.a. en sättning i fixturen, inträffade under provningen av provstav 19846. Detta anses inte heller ha påverkat mätningarna och resultaten som visas i Tabell 2.

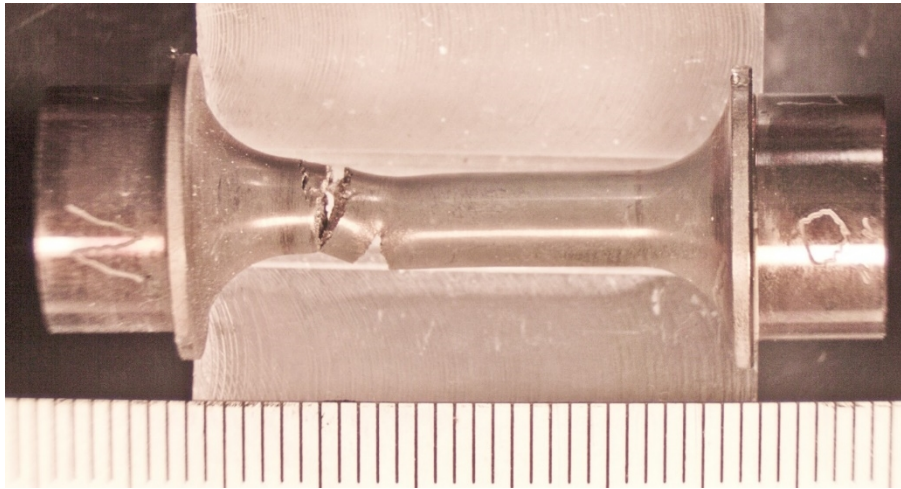
Irene Linares  
Forskare

	Data	Comments
Test temperature (°C)	350	
pH (if known)	-	
Li+ concentration (ppm)	2.00	Weekly sample, examples of measured grab-samples to the right
Cl- concentration (ppb)	1.8	Weekly sample, examples of measured grab-samples to the right
SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> concentration (ppb)	2.4	Weekly sample, examples of measured grab-samples to the right
B concentration (ppm)	1007	Weekly sample, examples of measured grab-samples to the right
O <sub>2</sub> concentration (ppb)	-	-
Dissolved H concentration (ppm)	1.9	see plot.
Net load on specimen (kN)	10.33	Accounting for pressure loading and seal resistance
Total test duration at temperature	test 1:1200 test 2: 1500	
Total time at load		
Additional Comments or non-compliance with specification details for test		

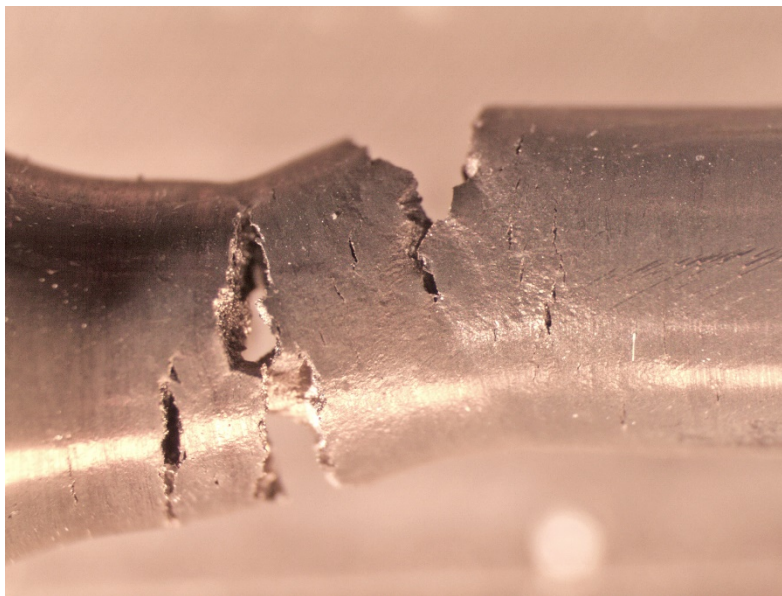
Specimen Data	Specimen 1	Specimen 2	Specimen 3	Specimen 4
	Prov 1	Prov 2	Prov 3	Prov 4
Specimen diameter (mm)	5.07	5.07	5.07	5.06
Initiation indicated by DCPD? (yes/no)	Yes	Yes	Yes	Yes
Time to initiation (hours)	810	1095	1220	1368
SCC confirmed by inspection? (yes/no)	Yes	Yes	Yes	Yes
Engineering stress (MPa) (load/initial area)	512	512	522	524
Measured true stress (MPa) (load/final area)				
Measured true strain (%) (extension/initial gauge length or by cross section area change ( $\epsilon_{true} = \ln(A_{pre-test} / A_{post-test})$ ))				
DCPD measured engineering strain (%)				
After crack detection did you apply any post-test strain? (%)	Average 1.4 (max. 2.75) unintentional, due to the fast crack propagation 5%	Average 1.6 (max. 2.4)	Average 1% (max. 2.7)	Average 1.6 (max. 3.5)
Number of cracks observed visually	6	No	No	No
Maximum measured surface crack length (mm)	12 mm	0 (SEM to reveal 5 cracks $\geq 100 \mu\text{m}$ )	0 (SEM to reveal crack)	1 barely in LOM (SEM to reveal 2 cracks $\geq 100 \mu\text{m}$ )
Depth of largest measured crack if known (mm)	4.3	0.78 mm	0.1 (later discovered) 0.86 mm	1 mm total length
Specimen comments	Specimen was not run 100 h past initiation. The constant load was switched automatically to fixed position at 870h because fast propagation was detected.	The specimen was unloaded 60h after detection.	Specimen was unloaded 28h after crack detection.	Specimen was unloaded 45h after crack detection.

## Mikroskopi av provstavar efter provning

### Provstav 1



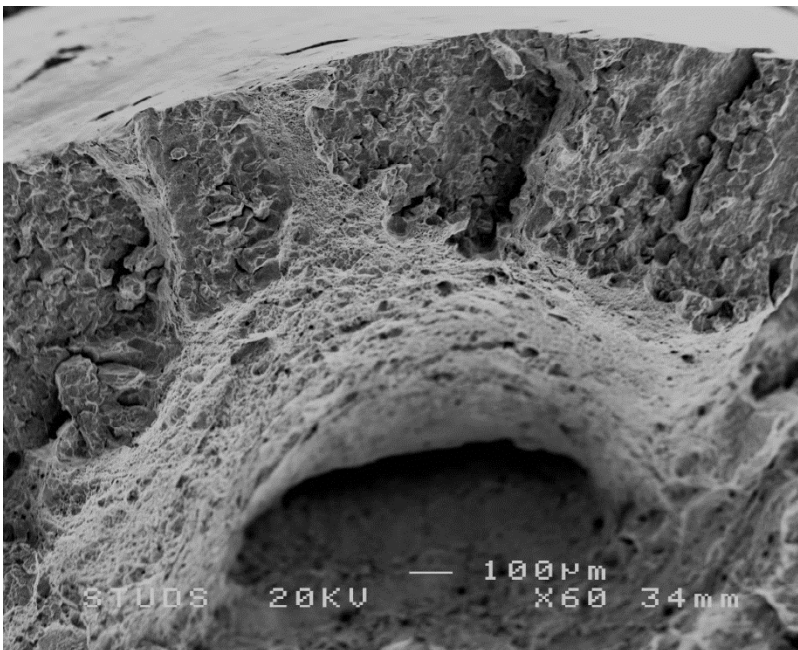
**Figur 25**  
Foto av Prov 1 efter provning. Skala i mm.



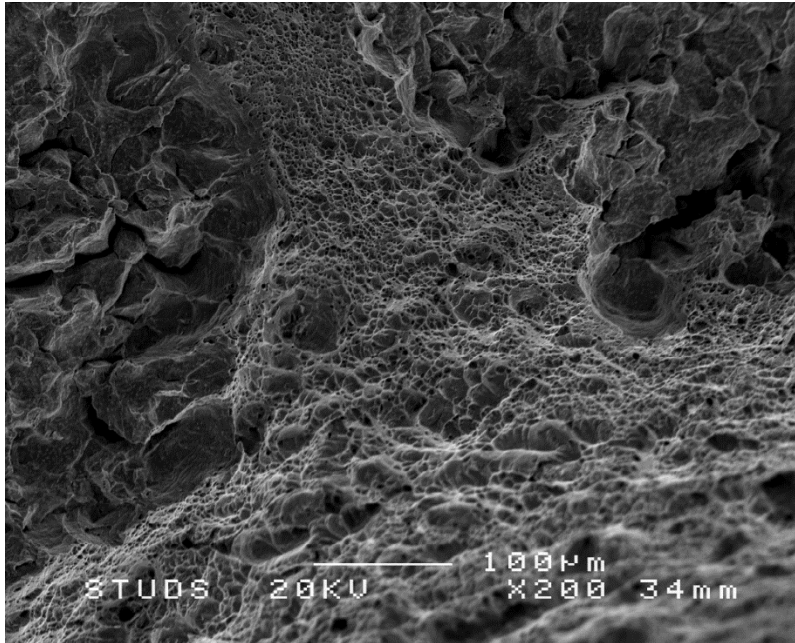
**Figur 26**  
Detalj av sprucket område i provstav 1.



**Figur 27**  
Fraktografi provstav 1. Översiktsbild i SEM av brottyta.



**Figur 28**  
Detaljbild från provstav 1. Övre delen nära ytan främst interkristallin karaktär, medan nedre delen med djup defekt med dimpler indikerande fullt duktilt brott.

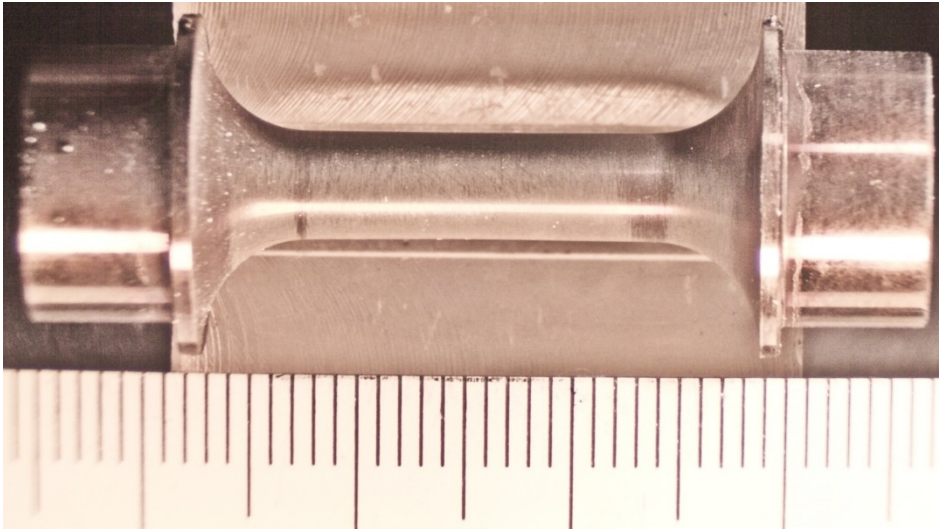


**Figur 29**

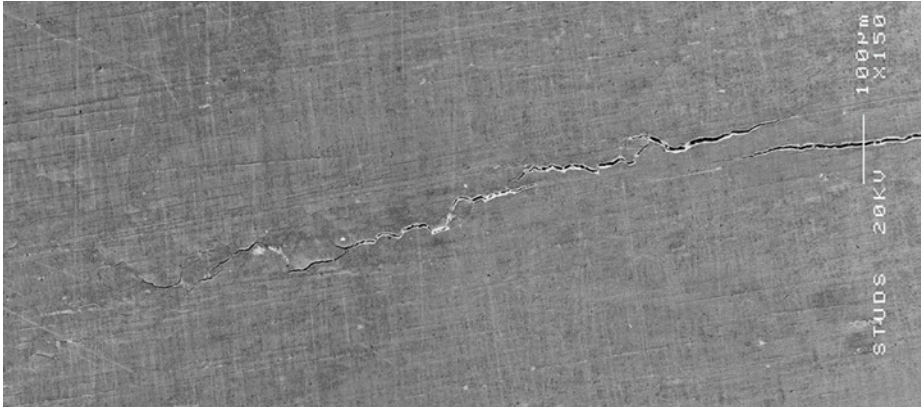
Provstav 1, område med duktil brygga mellan två miljösprickningsområden med intererkristallin karaktär med mindre transkristallina områden.

## Provstav 2

- Initieringstid 1095 h
- Avlastad 60 h efter detekterad initiering
- Total spricklängd cirka 1,5 mm uppdelat i flera sprickor, längsta 780  $\mu\text{m}$

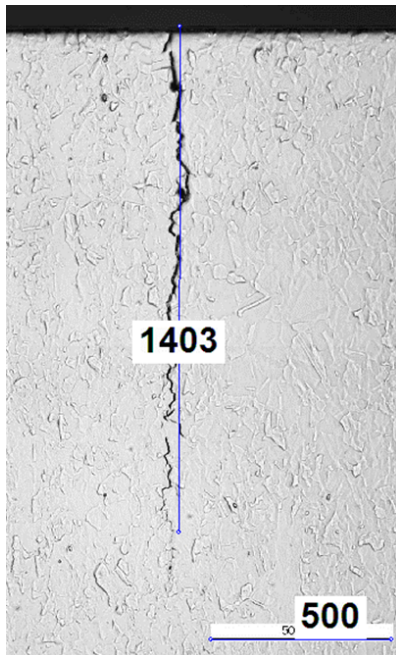


**Figur 8**  
Foto av Prov 2 efter provning. Skala i mm.

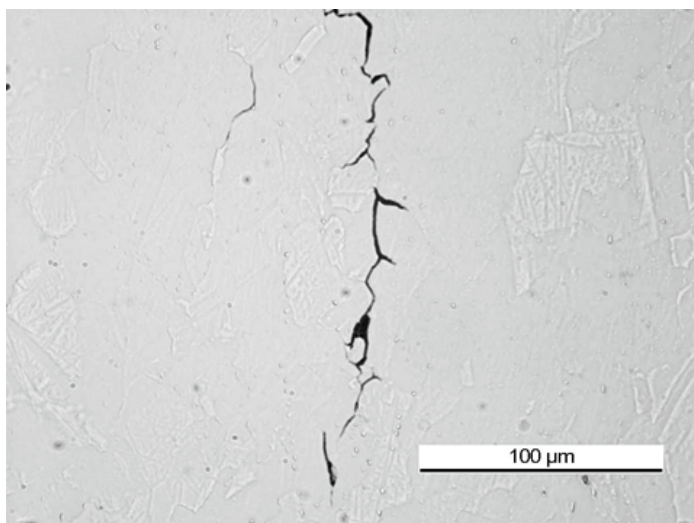


**Figur 30**  
Översikt av ytbrytande spricka från SEM.





**Figur 31**  
Tvärsnitt av prov 2 i det djupaste området. Huvudsakligen interkristallin karaktär.

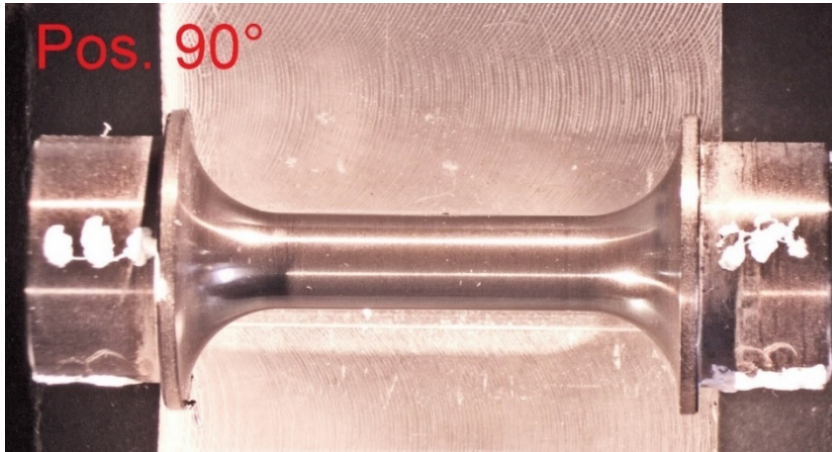


**Figur 32**  
Detaljbild av sprickspets från figur 7.

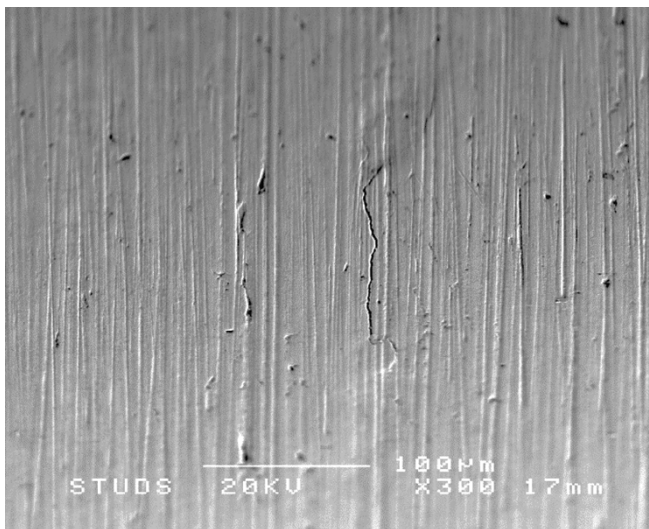
### Provstav 3

#### Sammanfattning

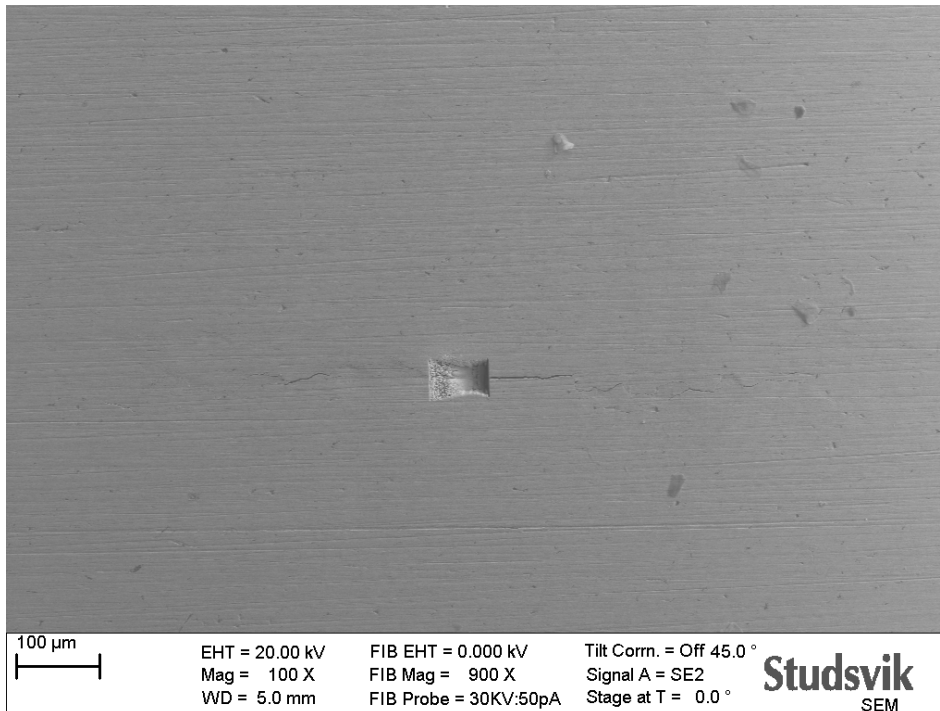
- Initieringstid 1220 h
- Avlastad 28h h efter detekterad initiering
- Spricklängd 0,86 mm



**Figur 33**  
Foto av Prov 3 efter provning.

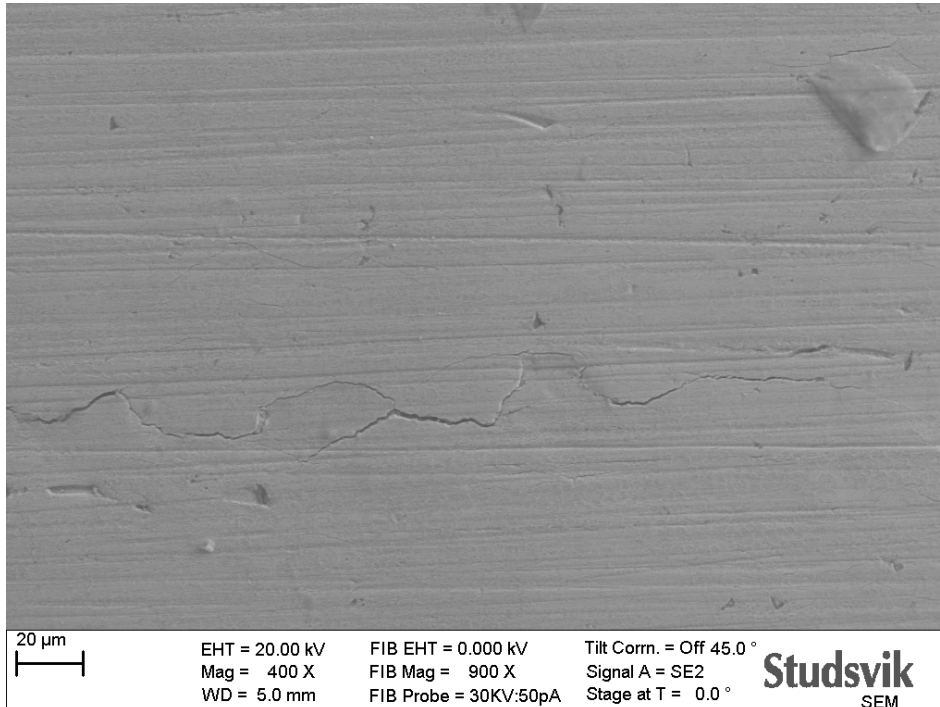


**Figur 34**  
Provstav 3 SEM-bild av ytbrytande spricka vid första mikroskopin, bedömd till 100 µm längd.



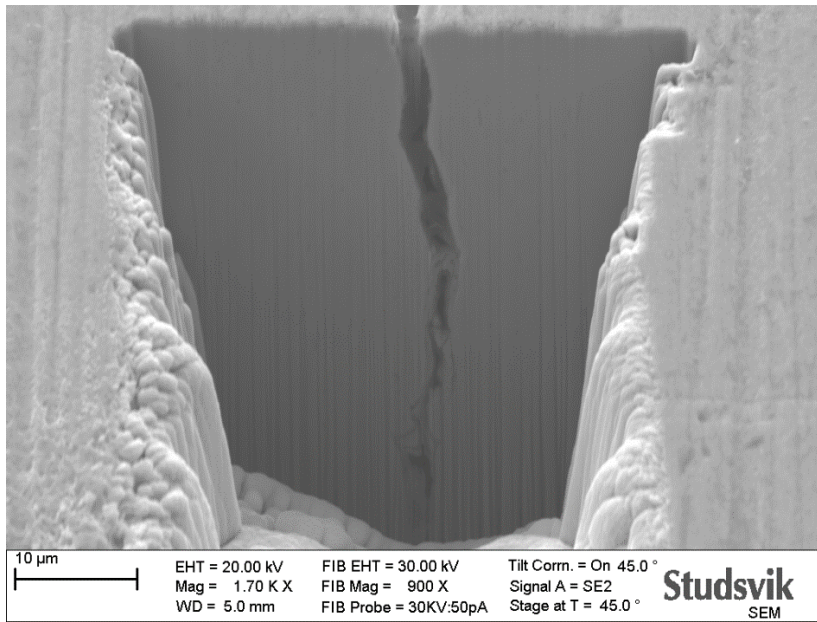
**Figur 35**

Hela ytbrytande sprickan provstav 3, efter att FIB-tvårsnitt grävts. Total spricklängd 0,86 mm.



**Figur 36**

Detalj av provstavsytta provstav 3. Notera även de hårfina sprickorna ovanför den primära sprickan.

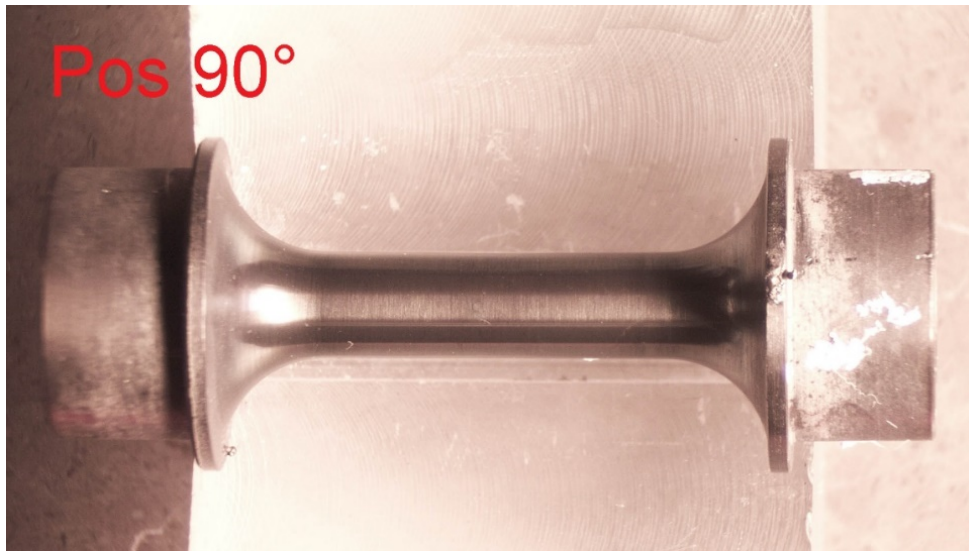


**Figur 37**

Tvärsnitt efter FIB. Ytnära sprickzon i provstav 3.

**Provstav 4**

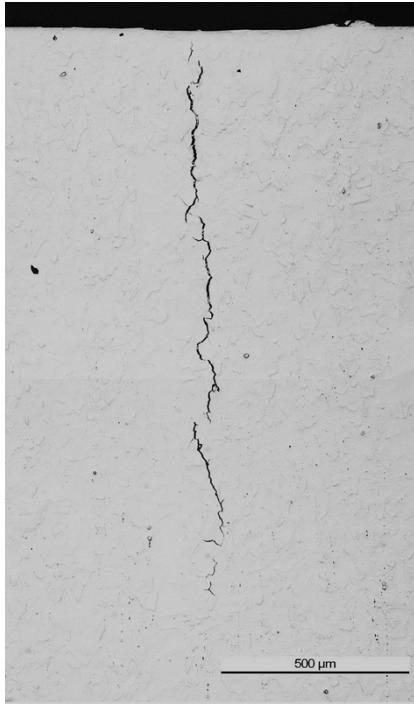
- initieringstid 1368 h
- Avlastad 45h h efter detekterad initiering
- Spricklängd 1,0 mm
- Sprickdjup 1,5 mm



**Figur 38**  
Foto av Prov 4 efter provning.

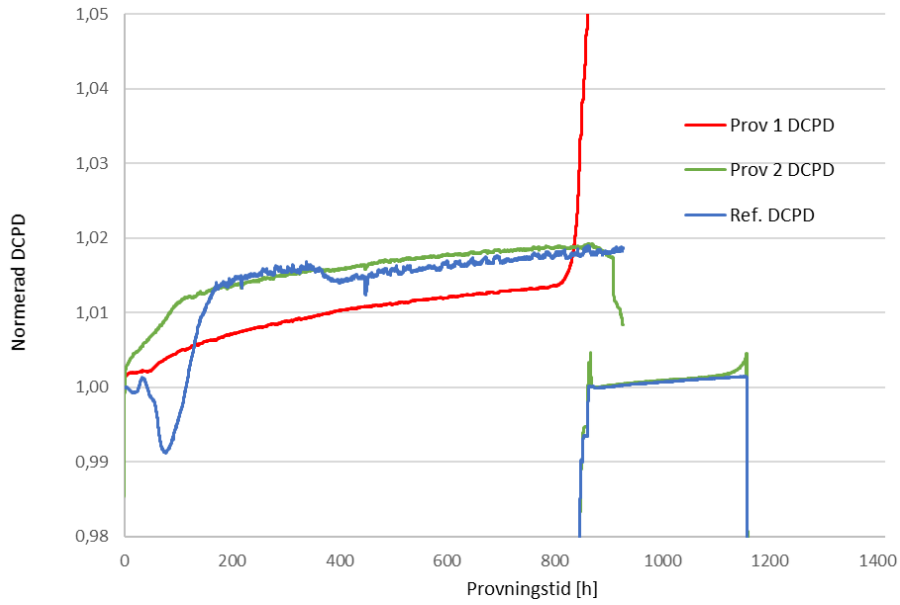


**Figur 39**  
Översikt av ytbrytande spricka från SEM.

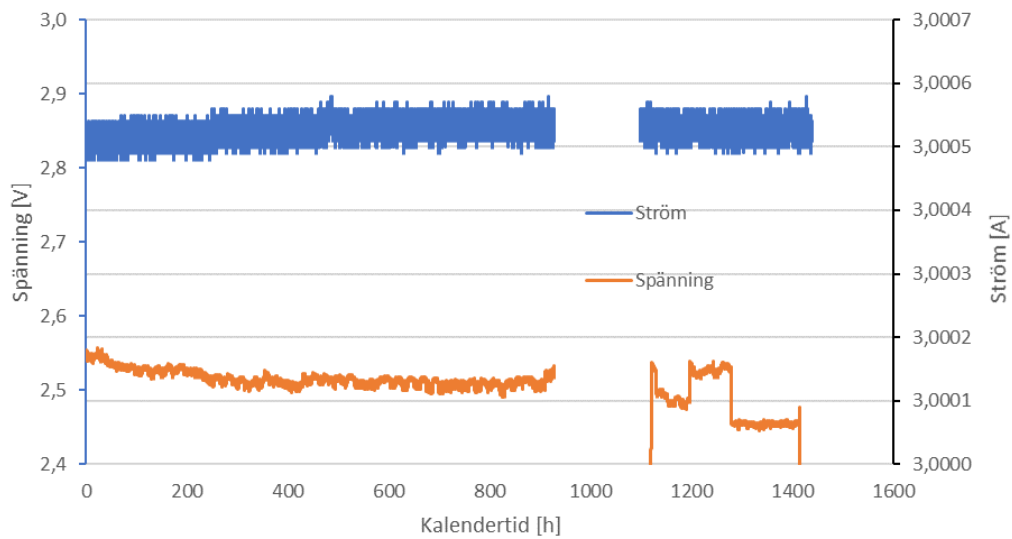


**Figur 40**  
Tvärsnitt av prov 4 i det djupaste området. Huvudsakligen interkristallin sprickning

## Bilaga I

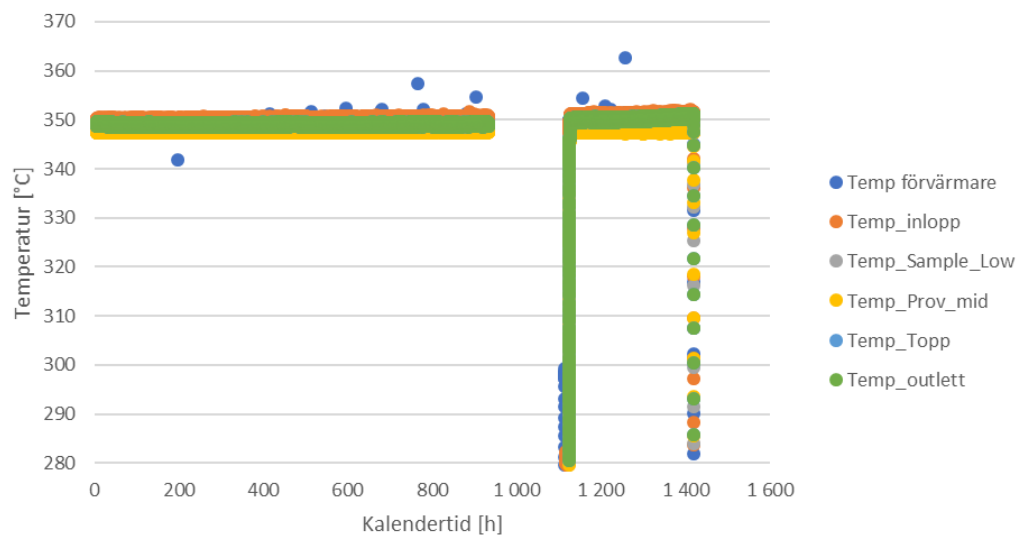


**Figur 41**  
Försök 1 normaliserad DCPD-signal för provstavar och referens.

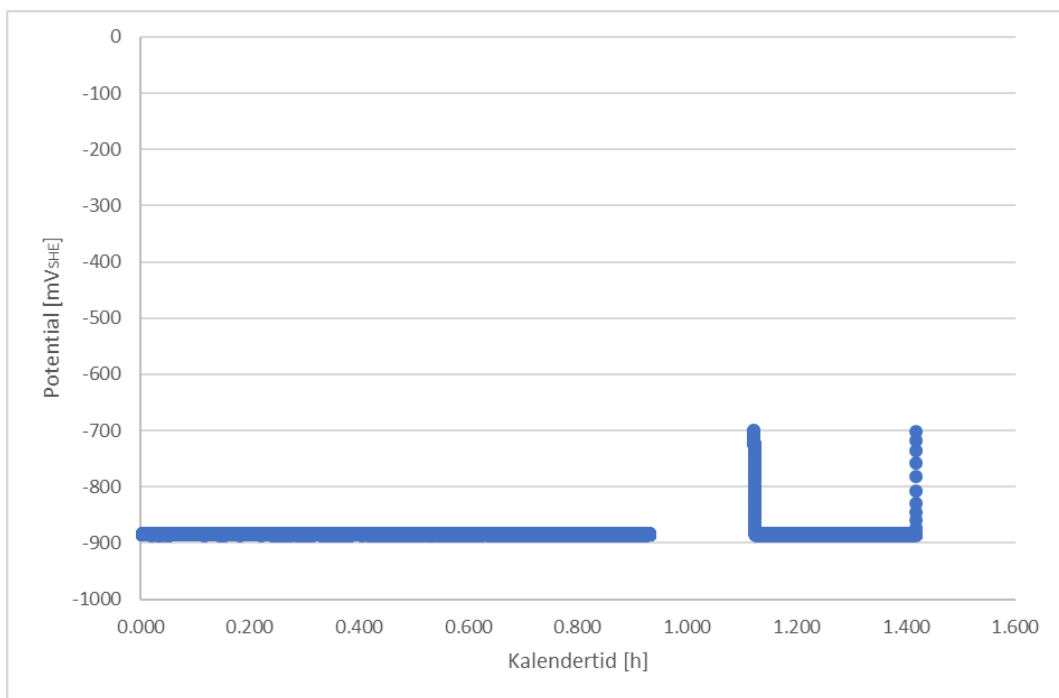


**Figur 42**  
Ström och spänningsmatning för försök 1.

## Bilaga I

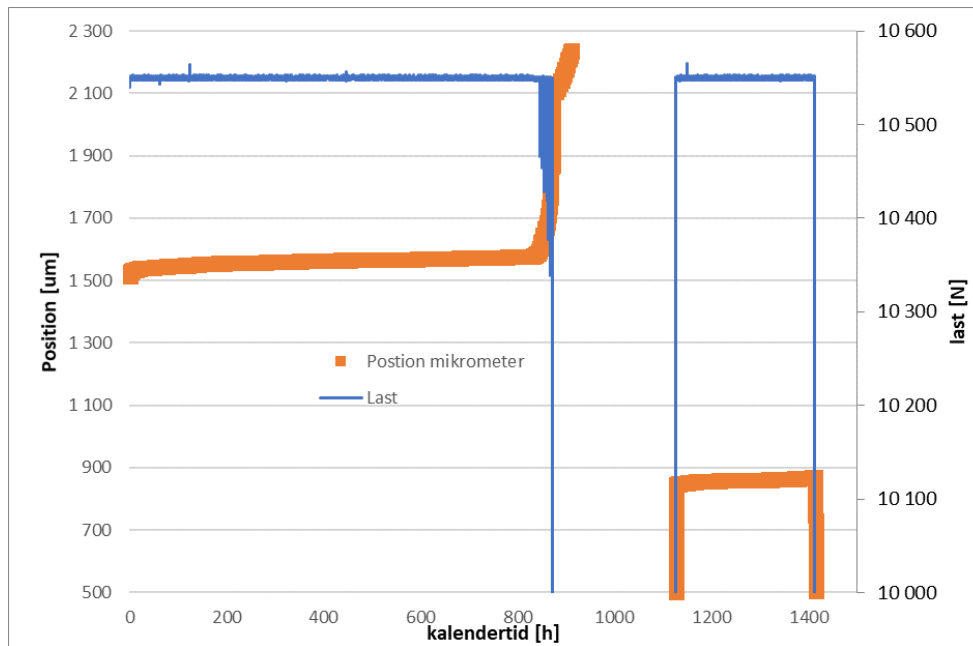


**Figur 43**  
Temperaturer i autoklav och förvärmare under försök 1.



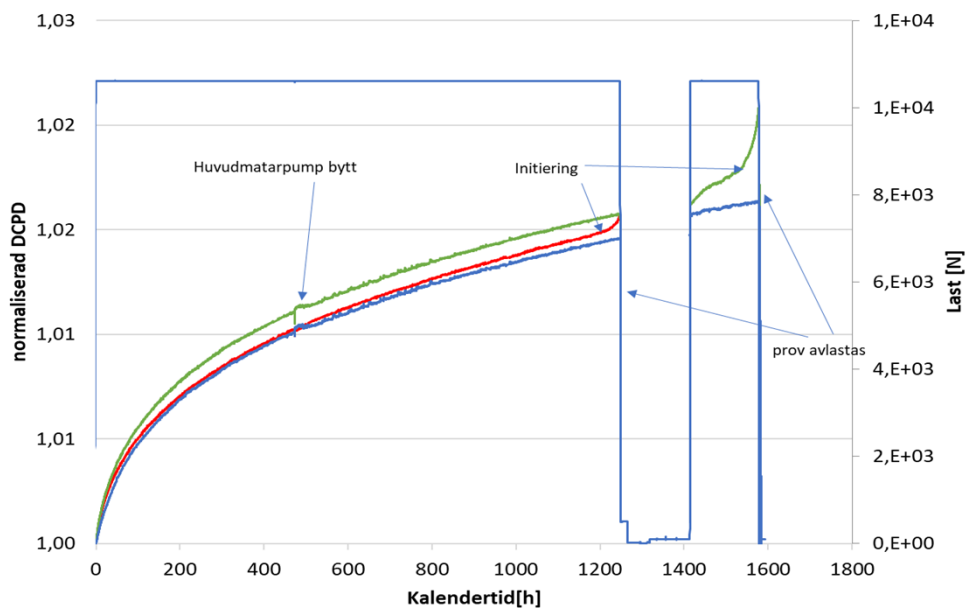
**Figur 44**  
Potential mot SHE för försök 1. Omräknat från Ag/AgCl-referenselektrod.





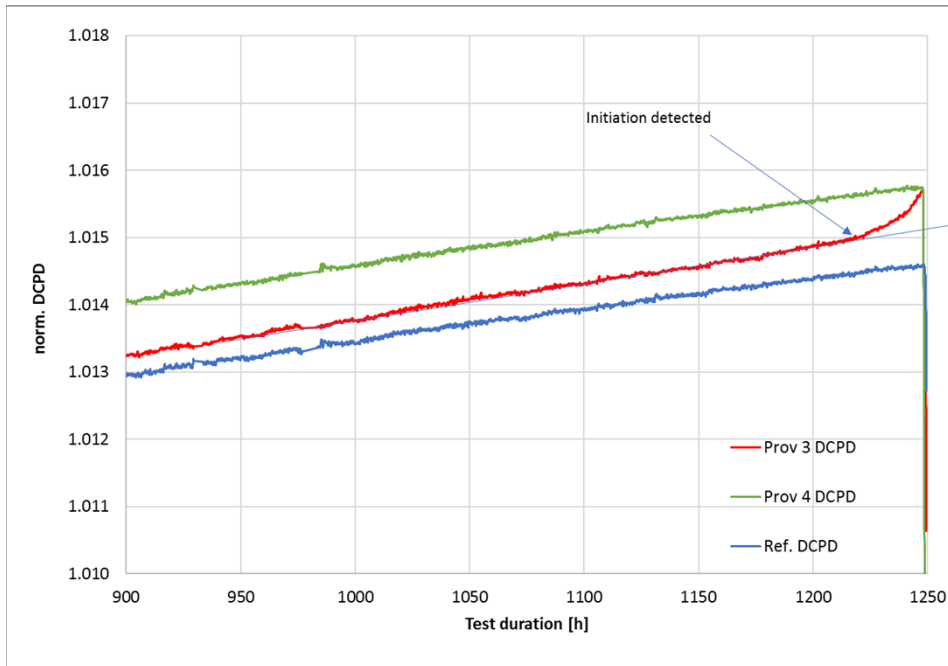
**Figur 45**

Last och förskjutning i lasttåget under försök 1. Skiftet i position vid uttag av prov härrör från justering av lasttåget, ej provförändring.

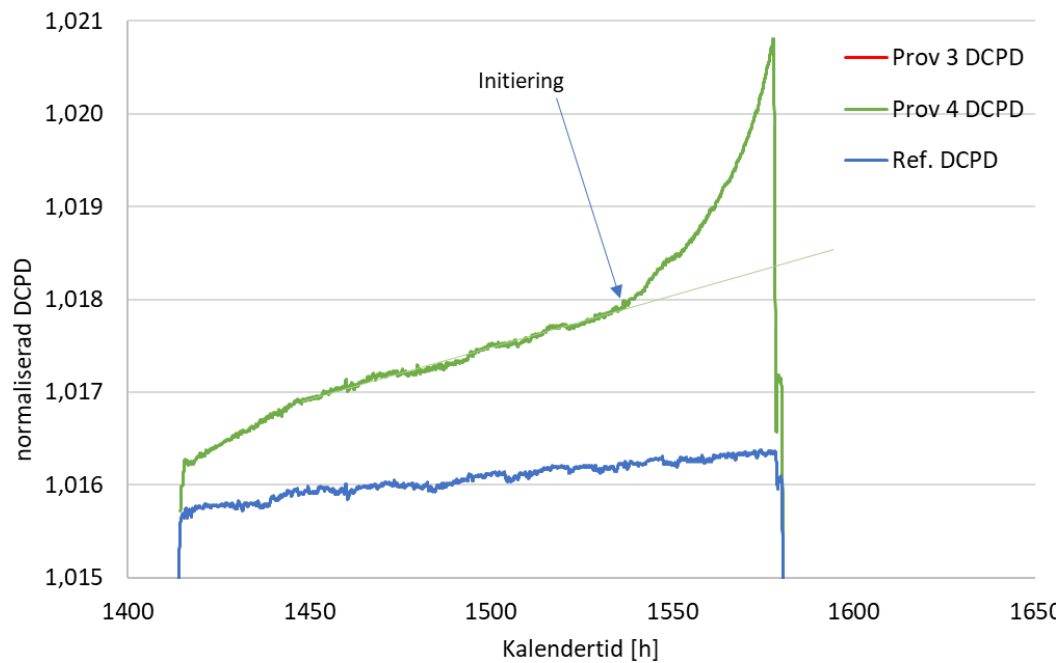


**Figur 46**

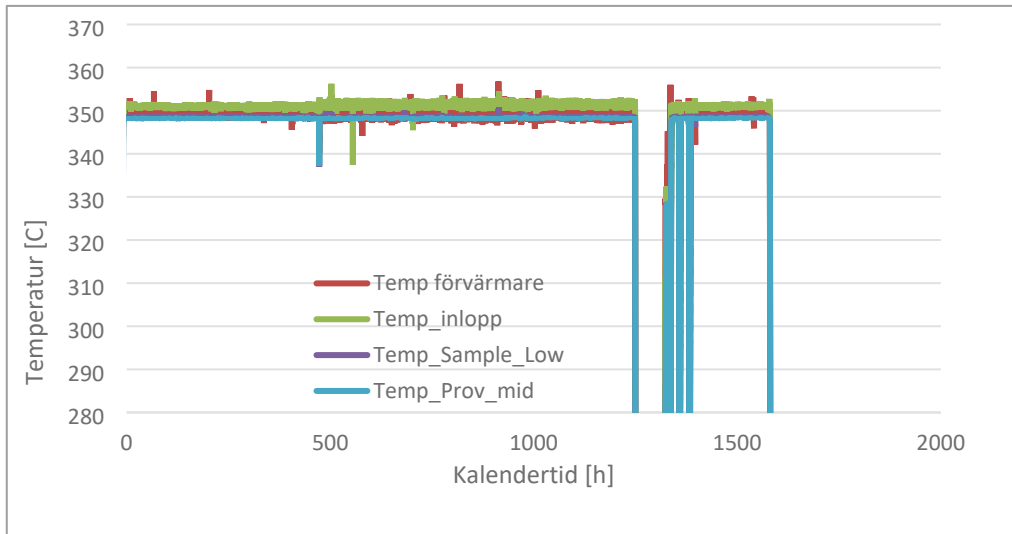
Normaliserad DCPD. Prov 3 (röd), prov 4 (grön) och referens (blå) och lastkurva (övre ljusblå kurvan).



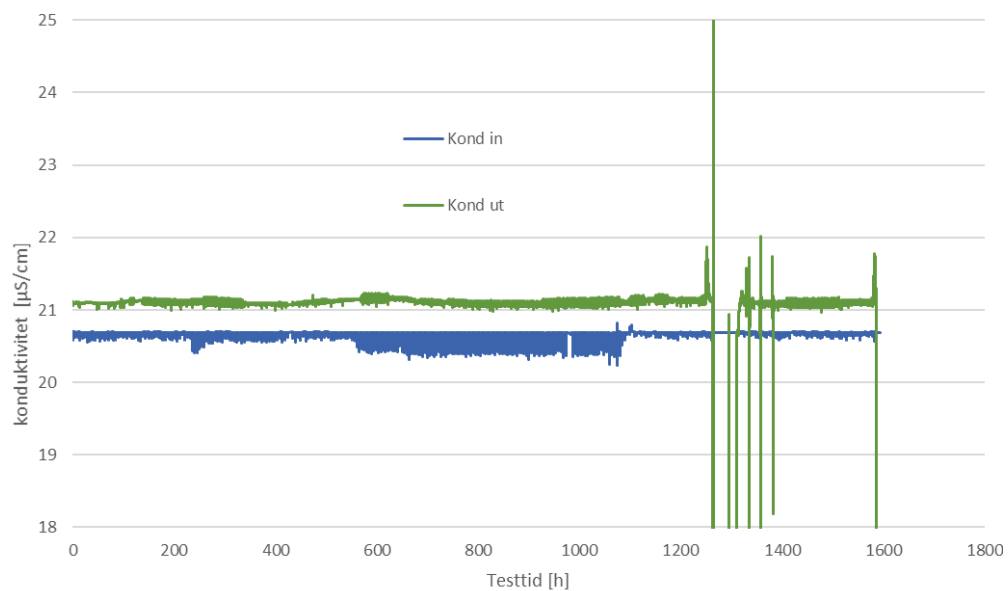
**Figur 47**  
 Detalj av normaliserad DCPD-signal i försök 2 vid initiering för provstav 3.



**Figur 48**  
 Detalj av normaliserad DCPD-signal vid initiering för provstav 4.

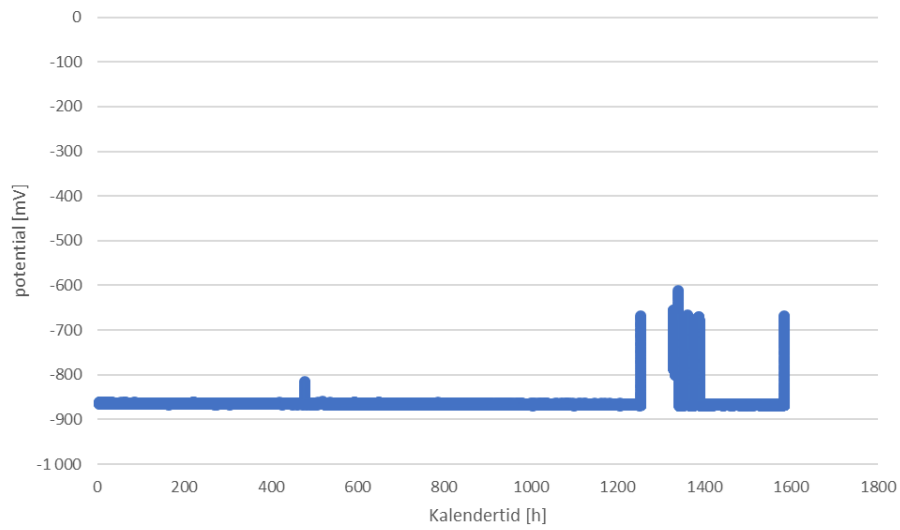


**Figur 49**  
Temperatur i förvärmare och autoklav under försök 2.

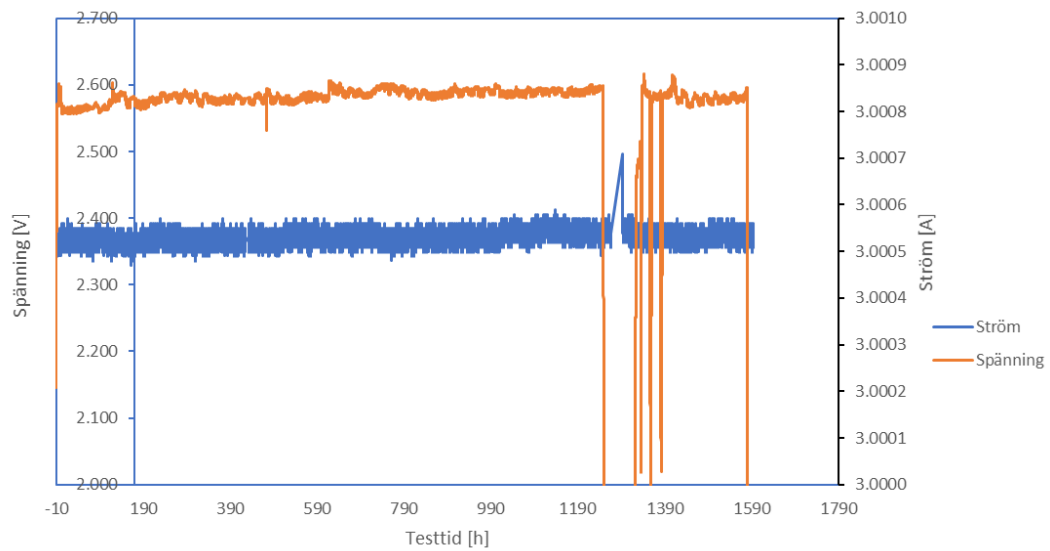


**Figur 50**  
Konduktivitet på inlopp och utlopp till autoklav under försök 2. Spikarna i utloppskonduktivitet härrör från temperaturtransienter i samband med upp och nerkörning på grund av provuttag.

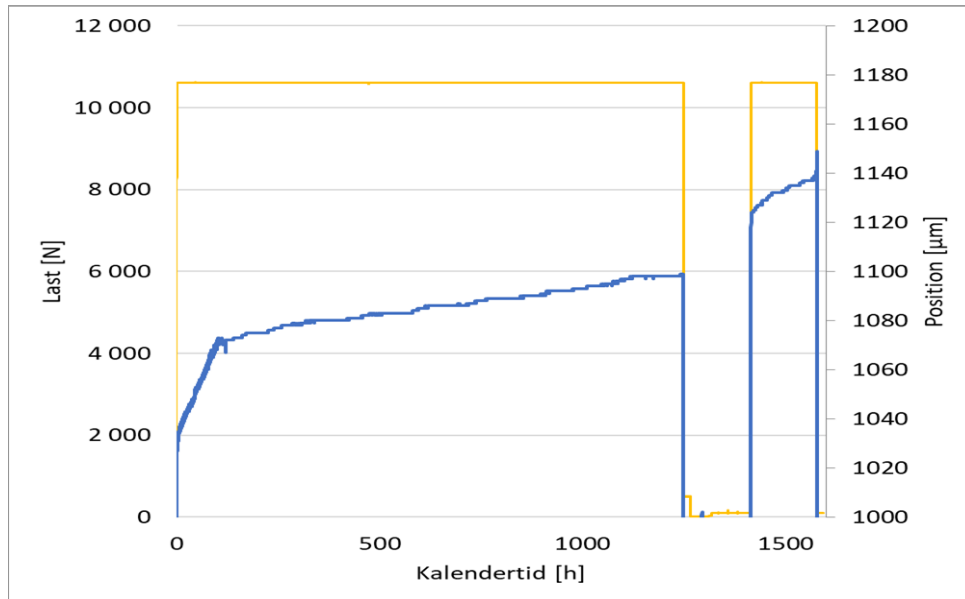
## Bilaga I



**Figur 51**  
Potential vs. SHE i autoklaven under försök 2.



**Figur 52**  
Drivaggregat för DCPD, ström (blå) och spänning (röd) under försök 2.

**Figur 53**

Last och förskjutning i lasttåget under försök 2. Skiftet i position vid uttag av prov härrör från justering av lasttåget, ej provförlängning.

### Analys av vattenprover

**Tabell 8**

Kontrollanalys av vattenkemi. B och Li stämmer väl med riktvärdet. Låga Cl och sulfathalter.

Test nr	Bor ppm	Litium ppm	Klorid ppb	Sulfat ppb
1	1008	2,04	1,5	2,5
2	1007	2,00	1,9	2,1
3	1005	2,00	1,8	2,4
4	1011	2,01	0,9	2,0
5	1010	2,01	1,1	2,5



Strålsäkerhetsmyndigheten arbetar pådrivande och förebyggande för att skydda människor och miljö från oönskade effekter av strålning, nu och i framtiden.

Du kan ladda ner våra publikationer från [www.stralsakerhetsmyndigheten.se/publikationer](http://www.stralsakerhetsmyndigheten.se/publikationer). Om du behöver alternativa format som exempelvis lättläst, punktskrift eller Daisy, kontaktar du oss på e-post [registrator@ssm.se](mailto:registrator@ssm.se).

**Strålsäkerhetsmyndigheten**  
171 16 Stockholm  
08-799 40 00  
[www.stralsakerhetsmyndigheten.se](http://www.stralsakerhetsmyndigheten.se)  
[registrator@ssm.se](mailto:registrator@ssm.se)

©Strålsäkerhetsmyndigheten