ГОСТ Р 50089—2003

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

# ОТХОДЫ РАДИОАКТИВНЫЕ

## Определение долговременной устойчивости отвержденных высокоактивных отходов к альфа-излучению

БЗ 3—2003/35

ГОССТАНДАРТ РОССИИ
Москва

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН И ВНЕСЕН ФГУП Всероссийским научно-исследовательским институтом неорганических материалов им. академика А.А. Бочвара

2 ПРИНЯТ И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Госстандарта России от 30 октября 2003 г. № 306-ст

3 ВЗАМЕН ГОСТ Р 50089—92

© ИПК Издательство стандартов, 2003

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Госстандарта России

Содержание

1 Область применения . . . . . 1
2 Нормативные ссылки. . . . . 1
3 Определения . . . . . 1
4 Сущность метода . . . . . 1
5 Средства измерений. . . . . 2
6 Порядок подготовки к проведению испытаний . . . . . 2
7 Порядок проведения испытаний . . . . . 3
8 Правила оформления результатов испытаний . . . . . 4
9 Требования безопасности . . . . . 5
Приложение А Библиография . . . . . 6

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

# ОТХОДЫ РАДИОАКТИВНЫЕ

## Определение долговременной устойчивости отвержденных высокоактивных отходов к альфа-излучению

Radioactive waste. Method of measuring long-time alpha-radiation resistance of solidified high-level radioactive waste

Дата введения 2004—07—01

## 1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод определения долговременной устойчивости промышленных отвержденных высокоактивных отходов (далее — отвержденных отходов) к альфа-излучению.

## 2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы ссылки на следующие стандарты:

ГОСТ 2211—65 (ИСО 5018—83) Огнеупоры и огнеупорное сырье. Методы определения плотности

ГОСТ 2409—95 (ИСО 5017—88) Огнеупоры. Метод определения кажущейся плотности, открытой и общей пористости, водопоглощения

ГОСТ 2768—84 Ацетон технический. Технические условия

ГОСТ 18300—87 Спирт этиловый ректификованный технический. Технические условия

ГОСТ Р 8.563—96 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики выполнения измерений

ГОСТ Р 50926—96 Отходы высокоактивные отвержденные. Общие технические требования

ГОСТ Р 50996—96 Сбор, хранение, переработка и захоронение радиоактивных отходов. Термины и определения

ГОСТ Р 52126—2003 Отходы радиоактивные. Определение химической устойчивости отвержденных высокоактивных отходов методом длительного выщелачивания

## 3 Определения

В настоящем стандарте применяются термины по ГОСТ Р 50996, а также следующий термин с соответствующим определением:

**запасенная энергия:** Увеличение энергосодержания решетки твердого тела под воздействием альфа-излучения.

## 4 Сущность метода

4.1 Для прогнозирования изменений свойств отвержденных отходов необходимо смоделировать процессы, которые будут происходить в них при хранении не менее 10000 лет.

4.2 В процессе испытаний исследуют образцы отходов, содержащие альфа-излучатели, и контрольные образцы.

Перед началом хранения определяют плотность, скорость выщелачивания, структуру и механические свойства испытуемых образцов и контрольных образцов.

Издание официальное

4.3 Образцы, содержащие альфа-излучатели, и контрольные образцы необходимо хранить при комнатной температуре в емкостях с плотно закрытой крышкой в течение времени, достаточного для получения образцами, содержащими альфа-излучатели, необходимой расчетной дозы альфа-излучения (не менее одного года). Для специальных целей допускается хранение при других температурах. При хранении образцов более одного года свойства, указанные в 4.2, определяют не реже одного раза в год в течение периода хранения. При необходимости для образцов, содержащих альфа-излучатели, исследуют выделение гелия.

4.4 После хранения образцов, содержащих альфа-излучатели, и контрольных образцов проводят определения тех же свойств, что и перед хранением. Для образцов, содержащих альфа-излучатели, также определяют запасенную энергию.

4.5 Сравнивают значения параметров, полученных для образцов, содержащих альфа-излучатели, и контрольных образцов. Если свойства по отношению к альфа-излучению не изменились, образцы считают радиационно-стойкими.

## 5 Средства измерений

Для проведения испытаний необходимо использовать методики, аттестованные в установленном порядке в соответствии с ГОСТ 8.563.

Атомно-абсорбционный спектрометр для анализа контактного раствора, диапазон измерений 0,1—1000 мг, предел допускаемой погрешности измерения не более 1 %.

Спектрометры для определения изотопного состава радионуклидов с пределом допускаемой погрешности не более 30 %.

Структурную целостность образца определяют рентгено-фазовым дифрактометрическим методом на дифрактометре (погрешность измерений составляет 0,1—0,5 %) и сканирующем электронном микроскопе.

Кондуктометр для измерения удельной электропроводимости дистиллированной воды, диапазон измерений 0,1—90 мкСм/см, предел допускаемой погрешности не более 1 %.

pH-метр с диапазоном измерений 0—14 pH, погрешность измерения не более 0,01 pH.

Удельную поверхность дробленого образца определяют методом тепловой десорбции азота по изотермам сорбции-десорбции азота. Предельно допустимая погрешность измерения не должна превышать 5 %.

Термопара для определения температуры, работающая в интервале температур 20—900 °С, погрешность измерения 3 °С.

Пипеточный дозатор для определения объема контактной воды, диапазон измерений 0—10 $см^3$, погрешность измерения не более 1 $см^3$.

Весы аналитические для измерения массы образца с диапазоном измерений 0,001—200 г, погрешность взвешивания 0,1 мг.

Штангенциркуль для измерения линейных размеров монолитного образца, диапазон измерений 0—150 мм, погрешность измерения не более 1 мкм.

## 6 Порядок подготовки к проведению испытаний

### 6.1 Подготовка образцов

6.1.1 Для проведения испытаний используют образцы, содержащие альфа-излучатели, и контрольные образцы.

Образцы должны быть изготовлены по технологии, максимально приближенной к соответствующему технологическому процессу отверждения.

В процессе получения в образцы отходов вводят короткоживущие альфа-активные радионуклиды ($Pu^{238}$, $Am^{241}$, $Cm^{242}$, $Cm^{244}$) и стабильные нуклиды, моделирующие продукты деления. Концентрация введенных короткоживущих альфа-нуклидов должна быть такой, чтобы количество альфа-распадов (доза альфа-облучения) соответствовало расчетному количеству альфа-распадов реальных прототипов исследуемых образцов.

В этих условиях один год хранения будет соответствовать значительно более длительному времени реального хранения.

6.1.2 До начала испытаний образцы необходимо промыть от возможных механических загрязнений погружением в промывочный раствор на 5 — 7 с (ацетон по ГОСТ 2768 или спирт по ГОСТ 18300), химически не взаимодействующий с материалом образцов.

6.1.3 Химический состав образцов, содержащих альфа-излучатели, и контрольных образцов должен быть максимально приближен к химическому составу отвержденных отходов. Для того, чтобы отклонение в химическом составе было минимальным при выбранной дозе альфа-излучения, к имитирующим отходам необходимо добавить кюрий и америций (атом на атом) вместо других актинидов и редкоземельных элементов.

Вместо урана (в первую очередь) или церия и, при необходимости, других редкоземельных элементов в имитирующие отходы вводится $Pu^{238}$.

Для сравнения должны быть приготовлены контрольные образцы.

**6.2 Доза облучения**

Дозу облучения определяет количество альфа-распадов, происходящих при распаде альфа-излучателей (Pu, Am) в промышленных отходах при длительном хранении или захоронении.

Концентрацию короткоживущих альфа-нуклидов, вводимых в образцы отходов, рассчитывают в зависимости от удельной альфа-активности исследуемых отвержденных образцов и периода полураспада короткоживущих альфа-активных радионуклидов (энергия альфа-излучения), вводимых в образцы.

Продолжительность хранения твердого материала, имитирующего реальные отвержденные отходы, определяют в зависимости от расчетной поглощенной дозы и количества альфа-нуклидов в исходном образце.

**6.3 Выбор нуклида**

6.3.1 Для метки необходимо применять плутоний ($Pu^{238}$), америций ($Am^{241}$) и кюрий ($Cm^{242}$ и $Cm^{244}$).

Выбор нуклида зависит от заданной дозы альфа-излучения, периода полураспада (соответственно энергии излучения) и количества необходимого нуклида.

В таблице 1 приведены характеристики применяемых альфа-нуклидов.

Таблица 1

| Нуклид | Период полураспада | Энергия альфа-излучения, МЭв |
|---|---|---|
| $Pu^{238}$ | 87,7 лет | 5,499 |
| $Am^{241}$ | 433 года | 5,486; 5,433 |
| $Cm^{242}$ | 163 дня | 6,113; 6,070 |
| $Cm^{244}$ | 18,1 лет | 5,805; 5,763 |

6.3.2 Для получения одинаковой дозы альфа-излучения в определенный период количество америция и плутония должно быть бóльшим, чем количество кюрия. Применение америция ($Am^{241}$) менее предпочтительно из-за большего периода полураспада.

Количество оксида плутония не должно превышать предел растворимости. В процессе отверждения оксид плутония должен быть равномерно распределен по объему материала.

Равномерность распределения альфа-нуклида в отвержденных образцах должна быть подтверждена соответствующими исследованиями (например методом ауторадиографии).

6.3.3 Выбрав требуемую дозу, определяют концентрацию нуклида для получения этой дозы за конкретное время и равномерность распределения альфа-нуклида. Концентрация должна быть определена в каждом отдельном случае, так как изотопная чистота применяемого нуклида может меняться. Необходимо провести микроскопические определения в тонком слое по распределению вводимых радионуклидов или их имитаторов.

## 7 Порядок проведения испытаний

7.1 При проведении испытаний необходимо исследовать не менее трех образцов. Параметры, подлежащие определению в процессе хранения, следует определять не реже одного раза в год.

7.2 Равномерность распределения вводимых альфа-нуклидов для образцов, содержащих альфа-излучатели, определяют методом ауторадиографии только перед началом хранения.

7.3 Микроскопические определения по распределению вводимых радионуклидов или их имитаторов в тонком слое проводят для образцов, содержащих альфа-излучатели, и контрольных образцов перед началом хранения, в течение хранения и после него.

Необходимо определить:

- наличие микротрещин с помощью методов оптической микроскопии;
- изменение химического состава поверхности с помощью электронной микроскопии, рентгенофазового анализа.

Микрофотографии должны быть получены на одной и той же поверхности.

7.4 Рентгенофазовое определение следует проводить для кристаллических и стеклокристаллических материалов образцов, содержащих альфа-излучатели, и контрольных образцов до начала хранения, в период хранения и после него.

7.5 Изменение параметров нестабильных фаз (при необходимости) для кристаллических материалов определяют с помощью рентгеноструктурного анализа до начала хранения, в период хранения и после него.

7.6 Для определения механических свойств проводят испытания на прочность сжатия, изгиб и определение микротвердости:

- контрольных образцов — до начала хранения и после него;
- образцов, содержащих альфа-излучатели, — до начала хранения, во время хранения и после него.

7.7 Плотность измеряют по ГОСТ 2211 или ГОСТ 2409 для образцов, содержащих альфа-излучатели, и контрольных образцов до начала хранения, в период хранения и после него.

Для получения достоверных данных должно быть проведено не менее четырех измерений.

7.8 Скорость выщелачивания необходимо определить для контрольных образцов и образцов, содержащих альфа-излучатели, до начала хранения, в период хранения и после него методом Сокслета, экспресс-методом Кольрауша (по изменению электропроводимости воды, контактирующей с отвержденными материалами) или по ГОСТ Р 52126. Продолжительность испытания не должна превышать 10 дней.

Определение скорости выщелачивания различных нуклидов проводят по ГОСТ Р 50926.

7.9 Определяют запасенную энергию для образцов, содержащих альфа-излучатели, в течение периода хранения (не реже одного раза в год) и после него. Запасенную энергию определяют по количеству выделяемой энергии (тепла) при нагревании образца от температуры хранения до температуры размягчения.

Запасенную энергию следует измерять методом дифференциального термического анализа или с помощью дифференциального сканирующего калориметра в интервале температур от температуры хранения до температуры, близкой к точке размягчения.

7.10 Выделение гелия при необходимости определяют только для образцов, содержащих альфа-излучатели после хранения.

Для исследования образцы, содержащие альфа-излучатели, хранят в непроницаемой для гелия капсуле. Количество гелия, выделяющегося из образцов, должно быть измерено масс-спектроскопическим методом.

## 8 Правила оформления результатов испытаний

### 8.1 Характеристика отвержденных материалов образцов

Характеристику образцов, содержащих альфа-излучатели, и контрольных образцов приводят в таблице, с указанием состава промышленных и имитирующих материалов, периода хранения, дозы облучения, концентрации и активности образцов, содержащих альфа-излучатели.

### 8.2 Описание метода приготовления образцов

При описании метода приготовления образцов необходимо привести характеристики исходных материалов, применяемых в реальных условиях получения отвержденных отходов, и имитирующих образцов, содержащих альфа-излучатели, с указанием технологического процесса получения. Должны быть приведены:

- температура плавления, продолжительность выдержки расплава;
- условия охлаждения после приготовления;
- ауторадиография образцов;
- данные по оптической микрофотографии и результатам, рентгенофазового анализа, механической прочности.

Результаты испытаний должны быть оформлены в виде таблиц и изображены графически как функция альфа-дозы.

**8.3 Оптические исследования**

Оптические исследования должны быть представлены микрофотографиями поверхности для образцов, содержащих альфа-излучатели и контрольных образцов до хранения, в период хранения и после него.

**8.4 Рентгенографические исследования (для стеклокристаллических и кристаллических материалов)**

Рентгенографические исследования включают в себя результаты проведения испытаний для образцов, содержащих альфа-излучатели, и контрольных образцов до начала хранения, в период хранения и после него.

8.5 Испытания механических свойств включают в себя результаты определения прочности сжатия, изгиба и определение микротвердости для контрольных образцов и образцов, содержащих альфа-излучатели до начала хранения и после него.

**8.6 Измерение плотности**

Плотность измеряют для образцов, содержащих альфа-излучатели, и контрольных образцов до хранения, в период хранения и после него.

В таблице должны быть указаны метод измерения, температура измерения, плотность. Для образцов, содержащих радионуклиды, должен быть представлен график зависимости плотности от альфа-дозы.

8.7 Скорость выщелачивания — по ГОСТ Р 52126.

**8.8 Запасенная энергия**

Характеристика запасенной энергии должна быть представлена в виде графической зависимости выделенной энергии образцов, содержащих альфа-излучатели, от температуры. Необходимо также указать применяемую методику, размеры образцов, значение общей запасенной энергии. Должен быть представлен график зависимости запасенной энергии от альфа-дозы.

**8.9 Выделение гелия**

В качестве результатов испытаний на выделение гелия должны быть указаны: методика определения гелия, температура хранения, результаты измерений, данные по количеству выделенного гелия; чувствительность применяемого метода. Необходимо представить график зависимости массы выделяющегося гелия от альфа-дозы.

**8.10 Условия хранения**

Информация об условиях хранения должна содержать температуру хранения, продолжительность хранения и график зависимости дозы облучения от времени хранения.

## 9 Требования безопасности

Все работы с радиоактивными образцами проводят в соответствии с требованиями защиты населения и охраны окружающей среды от вредного радиационного воздействия, установленными в [1] — [7].

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

## Библиография


| | | |
|---|---|---|
| [1] | ОСПОРБ—99 | Основные санитарные правила обеспечения радиационной безопасности (утверждены Министерством здравоохранения Российской Федерации 27 декабря 1999 г.) |
| [2] | НРБ—99 | Нормы радиационной безопасности (утверждены Министерством здравоохранения Российской Федерации 2 июля 1999 г.) |
| [3] | СПОРО—85 | Санитарные правила обращения с радиоактивными отходами (утверждены Министерством здравоохранения СССР 1 октября 1985 г.) |
| [4] | СП АС—99 | Санитарные правила проектирования и эксплуатации атомных станций (утверждены Министерством здравоохранения Российской Федерации) |
| [5] | ПНАЭГ-1-011—97 | Общие положения обеспечения безопасности атомных станций (утверждены Госатомнадзором России) |
| [6] | НП-002—97 | Правила безопасности при обращении с радиоактивными отходами атомных станций (утверждены Госатомнадзором России) |
| [7] | НП-020—2000 | Сбор, переработка, хранение и кондиционирование твердых радиоактивных отходов. Требования безопасности (утверждены Госатомнадзором России) |

УДК 621.039.7:006.354 ОКС 13.280 Ф59 ОКСТУ 0017

Ключевые слова: радиоактивные отходы, альфа-излучение, образцы, долговременная устойчивость

Редактор *Р.С. Федорова*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *Т.И. Кононенко*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 11.11.2003. Подписано в печать 28.11.2003. Усл. печ. л. 1,40.
Уч.-изд. л. 0,70. Тираж 260 экз. С 12800. Зак. 1024.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
http://www.standards.ru e-mail: info@standards.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Отпечатано в филиале ИПК Издательство стандартов — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102

gost.e-ecolog.ru