ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ
СОЮЗА ССР

# ОТХОДЫ РАДИОАКТИВНЫЕ

## МЕТОД ИЗМЕРЕНИЯ ХИМИЧЕСКОЙ УСТОЙЧИВОСТИ ОТВЕРЖДЕННЫХ РАДИОАКТИВНЫХ ОТХОДОВ ПОСРЕДСТВОМ ДЛИТЕЛЬНОГО ВЫЩЕЛАЧИВАНИЯ

ГОСТ 29114—91

Издание официальное

26 руб. БЗ 9—91/1022

КОМИТЕТ СТАНДАРТИЗАЦИИ И МЕТРОЛОГИИ СССР
Москва

gost.e-ecolog.ru

УДК 621 039 7 001 4·006 354 Группа Ф59

ГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ СОЮЗА ССР

# ОТХОДЫ РАДИОАКТИВНЫЕ

## Метод измерения химической устоичивости отвержденных радиоактивных отходов посредством длительного выщелачивания

Radioactive waste
Long time leaching measurement of solidified radioactive waste

**ГОСТ 29114—91**

ОКСТУ 0017

Дата введения 01 01 93

Настоящий стандарт устанавливает метод измерения химической устойчивости отвержденных радиоактивных отходов посредством длительного выщелачивания, предназначенный для оценки и сравнения устойчивости отвержденных радиоактивных продуктов к выщелачиванию в контролируемых условиях

Метод должен служить основой для сравнения результатов, полученных при исследовании образцов в различных лабораториях и в различных технологических процессах отверждения, имеющих различные составы отходов и различные типы матричных материалов

Метод не учитывает место и условия захоронения, так как в этом случае возможен широкий диапазон температур, давлений и концентраций солей в грунтовой воде и поэтому не пригоден для количественной долговременной экстраполяции с целью определения устойчивости этих продуктов в постоянном хранилище и для оценки долговременной опасности в реальных условиях

Метод не дает соответствующих данных для создания математических моделей, предсказывающих скорость выщелачивания на длительный (сотни и тысячи лет) интервал времени, не пригоден для определения поведения отвержденных радиоактивных отходов в условиях, соответствующих условиям в хранилищах, расположенных в глубоких геологических формациях.

Требования настоящего стандарта являются обязательными.

Издание официальное

© Издательство стандартов, 1992

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен без разрешения Госстандарта СССР

## 1. ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

1.1. Устойчивость к выщелачиванию измеряется путем длительных испытаний на выщелачивание, которые проводят для:

сравнения различных типов или составов отвержденных радиоактивных отходов;

сравнения результатов различных лабораторий по выщелачиванию одного и того же продукта;

сравнения результатов по выщелачиванию для продуктов из различных процессов.

1.2. Для обеспечения сравнимости результатов различных лабораторий должны соблюдаться стандартные условия, однако нет необходимости проведения испытаний при всех возможных температурах.

Стандартными условиями являются:

отвержденные высокоактивные отходы (в форме стекла, керамики и др.): выщелачивание в дистиллированной воде при температуре 25 и 90 °С в течение 1, 3, 7, 10, 14, 21, 28 дней и далее ежемесячно при необходимости;

образцы цемента и бетона: выщелачивание в дистиллированной воде при температуре 25 °С в течение 1, 3, 7, 10, 14, 21, 28 дней и далее ежемесячно при необходимости;

образцы битума и пластмасс: выщелачивание в дистиллированной воде при температуре 25 °С для битума и при температурах 25 и 40 °С для пластмасс в течение 1, 3, 7, 10, 14, 21, 28 дней и далее ежемесячно при необходимости.

Допускается в отдельных случаях проведение испытаний при температурах 40 °С для битума, 40 и 70 °С для отвержденных высокоактивных отходов, цемента и бетона, 70 °С для пластмасс.

Должны быть проанализированы наиболее представительные компоненты матрицы и отходов.

Компоненты матрицы стекла: Na, Ca, Si (для силикатных материалов) или Na, Al, P (для фосфатных материалов).

Компоненты радиоактивных отходов: Cs, Sr, Ce.

Компоненты цементной матрицы: Ca.

Компоненты радиоактивных отходов цементной матрицы и битума: Cs и два других основных нуклида отходов.

1.3. Необходимо исследовать выщелачивание отдельных нуклидов, содержащихся в отвержденных отходах, при контакте их с жидкими средами (дистиллированной водой; искусственной морской водой; водой; водой, типичной для предполагаемого места захоронения).

Для оценки химической устойчивости необходимо определять концентрации нескольких нуклидов (наиболее представительных) в контактной среде, поскольку различные нуклиды, содержащиеся в отходах, могут выщелачиваться с различной скоростью. При этом

должны быть известны концентрации этих нуклидов в матричных материалах перед определением выщелачивания.

1.4. Измерение концентраций выщелоченных нуклидов должно проводиться радиометрическим методом (для радионуклидов) или любыми аналитическими методами (для стабильных нуклидов), имеющими необходимую точность и чувствительность для определения малых концентраций нуклидов в контактном растворе*.

Радиометрические определения удельной (объемной) активности растворов после выщелачивания в зависимости от контролируемых нуклидов и значения активности должны проводиться путем специально подготовленных проб на $\alpha$-, $\beta$-, $\gamma$-радиометрах и $\alpha$- и $\beta$-спектрометрах.

Для определения $\alpha$-, $\beta$-, $\gamma$-радиометрических измерений, а также $\alpha$- и $\gamma$-спектрометрических измерений могут применяться радиометры и спектрометры в соответствии с приложением 1.

Общие требования к выполнению измерений по ОСТ 95 10351.

Чувствительность аналитического метода (атомноабсорбционной или эмиссионной спектроскопии пламени) для различных нуклидов от 0,01 до 1 мг/дм$^3$.

## 2. ПОРЯДОК ПОДГОТОВКИ ПРОВЕДЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

2.1. Приготовление образцов

2.1.1. Размеры образцов должны выбираться так, чтобы открытая «геометрическая» поверхность, контактирующая с контактным раствором, подсчитывалась из измерения всех линейных размеров образцов и не менялась в течение определения выщелачивания более чем на 5 %.

В зависимости от типа материала и его удельной активности нижний и верхний пределы значения поверхности образца должны составлять от $1 \cdot 10^{-3}$ до $1 \cdot 10^{-2}$ м$^2$.

Линейные размеры образцов определяются после затвердевания матричной композиции в специально приготовленной форме или измерением поверхности, если образец выпиливается.

Вычисление линейных размеров образцов проводится с точностью до 1 мм.

Образцы должны быть цилиндрической или прямоугольной формы.

Образец должен быть монолитным и иметь неполированную поверхность.

2.1.2. *Лабораторные образцы*

2.1.2.1. Лабораторный образец, представляющий собой усредненный состав реальных радиоактивных отходов, может быть при-

* Контактный раствор — жидкая среда, в которую помещают образец отвержденных радиоактивных отходов для определения делокализации нуклидов из него.

готовлен из соединений стабильных нуклидов или из соединений стабильных нуклидов, меченных основными радионуклидами. При этом радиоактивная метка должна использоваться вместе с носителем. Концентрация носителя должна быть указана.

2.1.2.2. Состав и физическая форма компонентов отходов и добавок в лабораторных образцах должны соответствовать образцам, предполагаемым для получения в промышленных масштабах.

2.1.2.3. Скорость выщелачивания образцов является не только функцией среднего состава, но и параметров процесса приготовления (температуры, времени приготовления, охлаждения и т. д.), поэтому эти параметры необходимо возможно точнее воспроизвести в соответствии с принятыми параметрами технологического процесса, применяемого в промышленности.

2.1.3. *Образцы реальных отходов*

Образцы реальных отходов отбирают при выгрузке материала или высверливанием образцов из большого объема материала.

2.2. Среда для выщелачивания

В сравнительных опытах в качестве контактного раствора используют воду, имитирующую состав воды в предполагаемом месте захоронения (грунтовые воды и морская вода, состав которой представлен в приложении 2) и в качестве эталона сравнения применяют дистиллированную воду с максимальной удельной электрической проводимостью 150 мкСм/м.

2.3. Емкость для выщелачивания

Емкость (контейнер) для выщелачивания должна быть изготовлена из материала, который не реагирует с контактным раствором и достаточно устойчив к дозе радиации, получаемой во время испытаний.

Емкость не должна служить сорбентом по отношению к компонентам, выщелоченным из образца контактным раствором. Предварительный выбор материала емкости предусматривает отсутствие сорбции нуклидов, влияющей на конечные результаты (например политетрафторэтиленовые и полипропиленовые емкости).

Габариты емкости должны быть такими, чтобы отношение объема контактного раствора $V$ к открытой «геометрической» поверхности образца $S$ составляло от 3 до 10 м.

Открытая «геометрическая» поверхность подсчитывается из измерения всех линейных размеров образца.

Емкость во время испытаний должна быть закрыта крышкой так, чтобы потеря контактного раствора за счет испарения была не более 3 %.

2.4. Температура выщелачивания

Выщелачивание следует проводить при следующих температурах:

25 °С (298 К) — для стеклоподобных, керамических, битумных, цементных и пластмассовых материалов;

40 °С (313 К) — для пластмассовых материалов;

90 °С (363 К) — для стеклоподобных и керамических материалов.

Для выщелачивания при высоких температурах (выше 100 °С) испытания должны проводиться в автоклавных сосудах. При испытаниях до 100 °С может быть использован дефлегматор.

## 3. ПОРЯДОК ПРОВЕДЕНИЯ ИЗМЕРЕНИЙ

3.1. Образец помещают в емкость для выщелачивания и заливают контактным раствором.

3.2. Через определенный интервал времени образец извлекают из контактного раствора и заливают свежим контактным раствором. Образец не должен высыхать при смене раствора.

Раствор перед взятием на анализ необходимо перемешать. Образец необходимо или вынуть из раствора, или декантировать раствор с образца.

3.3. Частота смен раствора должна зависеть от материала. Вначале контактный раствор должен меняться после 1, 2, 3 и 7 дней от начала испытаний, далее еженедельно, затем ежемесячно. Опыты прекращают, когда скорость выщелачивания становится практически постоянной (предел точности измерений $\pm 10\ \%$).

3.4. В каждом контактном растворе должны анализироваться концентрации выбранных нуклидов и рассчитываться скорость выщелачивания по формуле, приведенной в п. 4.7.

3.5. Для обеспечения сопоставимости результатов надо проводить не менее трех параллельных опытов.

## 4. ПРЕДСТАВЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

4.1. Тип и состав отвержденного материала

4.1.1. Стекло, стекло-керамика и керамика: химический состав основного материала, массовая доля отходов в конечном продукте.

4.1.2. Цемент и бетон: тип и марка цемента, состав и доля добавки, содержание отходов.

4.1.3. Битум: тип битума, отношение сухого остатка к битуму, точка размягчения, содержание воды и максимальная температура при получении.

4.1.4. Полимеры: тип и состав, физические свойства, катализаторы и промоторы, тип полимеризации, максимальная температура при получении, доля сухих отходов и воды в конечном продукте.

4.2. Тип и состав отходов, включенных в образец

Химический и радионуклидный состав отходов, удельная α-, β- и γ-активность.

4.3. Характеристика образца

Должно быть представлено описание метода отбора пробы из реального отвержденного продукта или метод приготовления его в лабораторных условиях с учетом информации по специальной предварительной обработке образца (термическая обработка, облучение и т. д.) и его гомогенности. Должно быть указано возможное набухание или растрескивание образца во время и после эксперимента.

4.4. Основные физические свойства образцов

4.4.1. Плотность (с точностью до ±0,1 кг/м$^3$); масса перед испытанием (с точностью до ±0,0005 г).

4.4.2. Размеры (с точностью до ±1 мм), геометрическая поверхность и объем исследуемого образца до и после испытаний на выщелачивание.

4.5. Характеристика контактного раствора

4.5.1. Состав контактного раствора (в миллиграммах растворенных солей).

4.5.2. Значение pH (с точностью до ±0,01).

4.5.3. Температура испытаний, °С.

4.5.4. Отношение объема контактного раствора $V$ к открытой «геометрической» поверхности $S$. Если отношение $V/S$ отличается от рекомендованной области, то должны быть указаны причины отклонения.

4.6. Данные по аналитическому определению нуклидов

Должно быть представлено детальное описание используемых аналитических методов и их показатели точности.

4.7. Данные по определенным скоростям выщелачивания должны быть приведены в виде таблиц и в виде кривых зависимости скорости выщелачивания от времени выщелачивания.

Скорость выщелачивания нуклида, кг/м$^2$·сутки, вычисляется по формуле

$$R_n^i = \frac{a_n^i}{A_0^i \cdot F \cdot t_n},$$

где $a_n^i$ — радиоактивность или масса в килограммах каждого нуклида, выщелоченного за данный интервал времени;

$A_0^i$ — удельная радиоактивность или массовая концентрация нуклида в исходном образце, Бк/м$^3$ или кг/м$^3$;

$F$ — открытая «геометрическая» поверхность образца, м$^2$;

$t_n$ — продолжительность $n$-го периода выщелачивания, сутки.

Значения $A_0^i$ и $a_n^i$ должны корректироваться с учетом периода полураспада.

В случае определения выщелачиваемости радионуклидов, период полураспада которых соизмерим с продолжительностью опыта, значение $A_0^i$ должно быть умножено на $e^{-\lambda\tau}$ (где $\lambda$ — период полураспада).

## 5. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

Все работы с радиоактивными образцами должны проводиться с соблюдением «Основных санитарных правил работы с радиоактивными веществами и другими источниками ионизирующих излучений ОСП—72/87», утвержденных Главным государственным санитарным врачом СССР 26.07.89 № 4422—87; «Норм радиационной безопасности НРБ—76/87», утвержденных Главным государственным санитарным врачом СССР 26.05.87 № 4392—87 и «Санитарных правил обращения с радиоактивными отходами (СПОРО —85)», утвержденных Главным государственным санитарным врачом СССР 01.10.85.

*ПРИЛОЖЕНИЕ 1*
*Рекомендуемое*

## АППАРАТУРА, ИСПОЛЬЗУЕМАЯ ДЛЯ ПРОВЕДЕНИЯ РАДИОМЕТРИЧЕСКИХ И СПЕКТРОМЕТРИЧЕСКИХ ИЗМЕРЕНИЙ

Для проведения $\alpha$- и $\beta$-радиометрических измерений применяют $\alpha$- и $\beta$-радиометры типа РИА-01В (диапазон измерений $3{,}7 \cdot 10^{-4}$ — $3{,}7 \cdot 10^{2}$ Бк), РУБ-01 (диапазон измерений $2 \cdot 10^{-1}$ — $3{,}7 \cdot 10^{6}$ Бк/дм$^3$), РЖС-05 (диапазон измерений $3{,}7$—$3{,}7 \cdot 10^{3}$ Бк/дм$^3$), блоки детектирования на основе сцинтилляционных, полупроводниковых детекторов и газовых пропорциональных счетчиков, например типа БДЗА2—01, БДБС3—1СМ, и другие подобные приборы, обеспечивающие нижний предел измерений активности не более 1 Бк, объемной активности не более 10 Бк/дм$^3$.

Для $\alpha$-спектрометрических измерений используют $\alpha$-спектрометры (например типа СЭЛ-01) с полупроводниковыми кремниевыми детекторами площадью не менее 5 см$^2$, обеспечивающие нижний предел измерения не более 1 Бк.

Для проведения $\gamma$- радиометрических и $\gamma$-спектрометрических измерений используют $\gamma$-радиометры со сцинтилляционными детекторами (например типа РКГ-05П, РУБ-01ПБ) с диапазоном измерений $20$—$2 \cdot 10^{5}$ Бк/дм$^3$ и $\gamma$-спектрометры со сцинтилляционными (типа БДЭГ2-23, 6931—20) или полупроводниковыми (типа ДГДК80Б) блоками детектирования и многоканальными амплитудными анализаторами импульсов (например АИ-1024—95—17).

Нижний предел измерения объемной активности по $Cs^{137}$ в зависимости от типа детектора составляет 1—5 Бк/дм$^3$.

*ПРИЛОЖЕНИЕ 2*
*Рекомендуемое*

**Состав искусственной морской воды**

| Соединение | Массовая доля, г/дм³ |
|---|---|
| $NaCl$ | 23,5 |
| $MgCl_2$ | 5,0 |
| $Na_2SO_4$ | 3,9 |
| $CaCl_2$ | 1,1 |
| $KCl$ | 0,7 |
| $NaHCO_3$ | 0,2 |
| $KBr$ | 0,1 |
| Сумма | 34,5 |

## ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

### 1. РАЗРАБОТЧИКИ

**Л. А. Мамаев**, канд. хим. наук, руководитель разработки; **В. В. Кушников**, канд. хим. наук; **Н. В. Крылова**, канд. хим. наук; **И. В. Желтова**

### 2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 08.10.91 № 1598

### 3. Срок первой проверки — 2000 г., периодичность проверки — 10 лет

### 4. Стандарт соответствует ИСО 6961—82 в части порядка проведения измерений и представления результатов измерений

### 5. ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

### 6. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

| Обозначение НТД, на который дана ссылка | Номер пункта, раздела |
|---|---|
| ОСТ 95 10351—88 | 1.4 |
| ОСП—72/87 | 5 |
| НРБ—76/87 | 5 |
| СПОРО—85 | 5 |

Редактор *Л. Д. Курочкина*
Технический редактор *В. Н. Малькова*
Корректор *О. Я. Чернецова*

gost.e-ecolog.ru

Сдано в наб. 24.10.91 Подп. к печ. 27.01.92. Усл. п. л. 0,75. Усл. кр.-отт. 0,75. Уч.-изд. л. 0,55. Тираж 469 экз.

Ордена «Знак Почета» Издательство стандартов, 123557, Москва, ГСП, Новопресненский пер., 3.
Калужская типография стандартов, ул. Московская, 256. Зак. 2029