

ICS 13.280
F 70



中华人民共和国国家标准

GB/T 7023—2011
代替 GB/T 7023—1986

低、中水平放射性废物固化体标准浸出 试验方法

Standard test method for leachability of low and intermediate level solidified
radioactive waste forms

2011-12-30 发布

2012-06-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

465

前 言

本标准依据 GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》的规则起草。

本标准代替 GB 7023—1986《放射性废物固化体长期浸出试验》。本次修订与前版相比，主要修改内容如下：

- 修改了标准名称，标准名称修改为“低、中水平放射性废物固化体标准浸出试验方法”；
- 增加了前言部分；
- 增加了规范性引用文件；
- 增加了术语和定义；
- 补充了标准的主要技术内容，在原标准浸出试验方法的基础上，推荐了短期浸出试验方法。

本标准参照了 ANSI/ANS-16.1-2003(R2008)《用短期试验程序测量低放废物固化体的浸出》。

本标准由中国核工业集团公司提出。

本标准由全国核能标准化技术委员会(SAC/TC 58)归口。

本标准起草单位：中国辐射防护研究院。

本标准主要起草人：郭喜良、范智文、柳兆峰、杨卫兵、冯声涛、谷存礼。

本标准所代替的标准历次发布情况为：GB/T 7023—1986。

低、中水平放射性废物固化体标准浸出 试验方法

1 范围

本标准规定了在实验室条件下,低、中水平放射性废物固化体(以下简称废物固化体)浸出性能检测的试验方法。

本标准适用于比较和评价废物固化体在实验室控制条件下的抗浸出性能,具体用途包括:

- a) 用于不同种类或不同组成的废物固化体的浸出试验结果的比较;
- b) 用于不同实验室对同一种废物固化体的浸出试验结果的比对;
- c) 用于不同固化过程所制得的废物固化体的浸出试验结果的比较。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB 14569.1 低、中水平放射性废物固化体性能要求 水泥固化体

GB 14569.3 低、中水平放射性废物固化体性能要求 沥青固化体

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

浸出率 leaching rate

物质溶解或侵蚀的速率,或者固体通过扩散释放的速率,可以用来衡量放射性核素释放的速度,反映废物固化体的耐久性,单位为厘米每天(cm/d)。

3.2

累积浸出分数 cumulative fraction leached

在特定累计浸出时间内,单位比表面积上核素的累积浸出份额,单位为厘米(cm)。

3.3

比表面积 specific surface area

样品总面积除以样品的体积,单位为每厘米(cm^{-1})。

3.4

浸出剂 leachant

浸出试验中用于与废物固化体试样接触的新鲜液体,其组成满足 4.1 的要求。

3.5

浸出液 leachate

浸出试验中与废物固化体试样接触后,按照规定的浸出时间更换出的溶液,溶液中含有待分析的放射性核素或核素示踪剂。

3.6

浸出周期 leaching period

给定体积的浸出剂与样品或废物固化体接触的时间。

4 试验器材和样品制备

4.1 浸出剂

根据具体用途,浸出试验可选择下列浸出剂:

- a) 去离子水,其电导率 $E_d \leq 150 \mu\text{S}/\text{m}$,有机碳总量 $\text{TOC} < 3 \times 10^{-6}$;
- b) 处置场区域的地下水或模拟地下水。

4.2 浸出容器

浸出试验中使用的容器应符合如下要求:

- a) 具有一定的密封性,防止浸出液的损失。
- b) 足以容纳浸出剂的体积,浸出容器的大小和形状应满足 5.2 有关规定。浸出剂加入后应使样品在容器的各个方向上至少被 1 cm 厚(对最小的样品)到 10 cm 厚(对最大的样品)的浸出剂所包围。
- c) 不与浸出剂或样品发生化学反应。
- d) 对从样品或浸出剂本身浸出的化学组份具有抗吸附性。
- e) 在浸出过程中,不释放改变浸出剂成分的干扰组份。

推荐使用聚乙烯或聚丙烯材质的密封容器。浸出容器使用前先用酸洗后,再用去离子水清洗。

4.3 样品制备

4.3.1 制备样品

浸出试验样品可以在实验室制备,也可以取自实际废物固化体。

4.3.1.1 实验室制备的样品

实验室制备的废物固化体样品,在废物的平均组成和化学状态、固化基材的来源、添加剂的种类、固化工艺和配方、固化时间和温度控制以及固化体的均匀性等方面,应能代表实际固化过程所产生的废物固化体。对于模拟废物,当使用含放射性示踪剂的载体时,应控制和报告载体的浓度。

4.3.1.2 实际废物固化体样品

实际废物固化体样品,可从实际固化生产线上采集获得,也可采用钻孔取芯法获得。

选择样品尺寸时,应考虑浸出试验前后样品在浸出剂中的几何表面积由于样品溶胀或变形而引起的变化不大于 5%。

a) 水泥固化体样品

水泥样品应装入圆柱体塑料制样容器,用同固化实际废物一样的方法进行空气泡消除处理。混合物在 $25^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ 近饱和湿气氛条件下至少养护 28 d。浸出试验开始前取出圆柱形固化块。要求样品长径比等于或略大于 1。样品几何表面积应为 $10 \text{ cm}^2 \sim 5\,000 \text{ cm}^2$,样品的上下端面用细砂纸磨光,以适当方式除去粉尘。水泥固化体样品制备方法按照 GB 14569.1 中的规定进行。

b) 沥青固化体样品

熔融样品应注满特制的聚四氟乙烯圆柱形制样容器。容器长径比为 1,上部敞开。样品凝固后不

从容器中取出。样品上端面的几何表面积应为 $2\text{ cm}^2 \sim 1\,000\text{ cm}^2$ 。沥青固化体样品制备方法按照 GB 14569.3 中的规定进行。

c) 塑料固化体样品

试验样品为圆柱形,长径比等于或略大于 1,样品表面积应为 $10\text{ cm}^2 \sim 5\,000\text{ cm}^2$ 。热塑性塑料固化体采用切割法制样,其上下端面用零号砂纸磨光,以适当的方式除去粉尘。热固性塑料固化体样品采用浇铸成型。脲醛树脂与废物的混合物硬化后应在 $25\text{ }^\circ\text{C} \pm 5\text{ }^\circ\text{C}$ 密封养护 10 d。

d) 玻璃或陶瓷固化体样品

样品应是整块的立方体或圆柱形(后者的长径比等于或略大于 1)。制样时采用金刚砂片切割,得到未经抛光的表面。样品几何表面积应为 $1\text{ cm}^2 \sim 5\,000\text{ cm}^2$ 。

4.3.2 样品数量

- a) 浸出试验的平行样品数量不少于 3 个;
- b) 浸出容器空白样 1 组。

5 浸出试验

浸出试验以如下规定的试验方法为准。对采用短期试验方法开展浸出试验不作强制性要求,短期浸出试验方法参见附录 A。

5.1 样品测量

用对应精度的天平称其质量,用游标卡尺测量其直径和高度。

5.2 加入浸出剂

- a) 试验样品用化学惰性的尼龙丝悬挂于浸出容器中,加入浸出剂的体积应按式(1)计算:

$$\frac{\text{浸出剂体积}(\text{cm}^3)}{\text{样品几何表面积}(\text{cm}^2)} = (10 \sim 15)\text{cm} \dots\dots\dots(1)$$

- b) 如果加入浸出剂体积与本规定不符,则报告中应注明实际加入体积及变动的原因。
- c) 浸出时不允许搅动。

5.3 浸出温度

浸出试验应在下列温度下进行:

- a) $25\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$;
- b) $40\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 。

5.4 更换浸出剂

按规定时间间隔从浸出容器中取出样品,立即转移到放有新鲜浸出剂的另一容器中,在转移时样品不能干燥。原浸出容器应盖严以备分析用。

5.5 更换周期

从试验开始在累积浸出时间 24 h、3 d、7 d、10 d、14 d、21 d、28 d、35 d 和 42 d 更换浸出剂,42 d 后每隔 30 d 更换一次。

如果浸出剂更换周期与本规定不符,报告中应注明实际更换周期及变动的原因。

5.6 浸出截止时间

浸出试验应一直进行到试验误差范围内,浸出率基本不变为止。浸出温度为 25℃±2℃时,浸出试验至少进行 1 年,40℃±2℃时至少进行 6 个月。

5.7 数据处理

浸出试验结果以浸出率 R_n 及累积浸出分数 P_i 与浸出时间 t 的关系式(2)表示:

$$R_n = \frac{a_n/A_0}{(S/V)(\Delta t)_n} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- R_n ——在第 n 浸出周期中第 i 组分的浸出率,单位为厘米每天(cm/d);
- a_n ——在第 n 浸出周期中浸出的第 i 组分的活度或质量,单位为贝克(Bq)或克(g);
- A_0 ——在浸出试验样品中第 i 组分的初始活度或质量,单位为贝克(Bq)或克(g);
- S ——样品与浸出剂接触的几何表面积,单位为平方厘米(cm²);
- V ——样品的体积,单位为立方厘米(cm³);
- $(\Delta t)_n$ ——第 n 浸出周期的持续天数 $(\Delta t)_n = t_n - t_{n-1}$,单位为天(d)。

$$P_i = \frac{\sum a_n/A_0}{S/V} \dots\dots\dots(3)$$

式中:

- P_i ——在时间 t 时第 i 组分的累积浸出分数,单位为厘米(cm);
- t ——累计的浸出天数 $t = \sum (\Delta t)_n$,单位为天(d)。

注意: A_0 和 a_n 按照衰变时间进行校正。

6 试验报告

6.1 试验样品

6.1.1 样品基本特性

报告中应说明实验室制备样品的方法或从实际固化体中取样的步骤,说明固化体的预处理情况(如冷热循环、辐照、冲击或抗微生物降解等)和样品的均匀性,并记录样品在试验期间或试验后是否发生溶胀、变形或产生裂纹。

6.1.2 样品的类型和化学组成

样品的类型和化学组成情况如下:

- a) 水泥固化体:应报告基体材料的型号和化学组成(包括含水量),每种添加剂的组成和比例,固化体中废物的包容量;
- b) 沥青固化体:应报告沥青型号(尽可能注明提取沥青的石油产地)、废物固化体的软化点、废物固化体中废物的包容量和含水量,及固化时的最高温度;
- c) 塑料固化体:应报告塑料种类和组成及有关的物理性质,固化过程的催化剂和促进剂,聚合反应类型和曾达到的最高温度,固化体中废物包容量和含水量;
- d) 玻璃和陶瓷固化体:应报告基体材料的化学组成,固化体中废物包含量。

如是模拟废物,应说明废物的制备方法。

6.1.3 样品的物理特性

应报告样品的重要物理性质,试验前样品的密度和质量,试验前后样品的外形尺寸、几何表面积和体积。

试验样品的描述格式和内容参见附录 B 中的 B.1。

6.2 浸出剂和浸出液

浸出剂和浸出液的报告内容如下:

- a) 应报告浸出剂的种类和化学组成,浸出剂的加入体积;
- b) 应报告浸出剂、浸出液和对容器的空白试验溶液的 pH 值和电导率。

浸出剂和浸出液描述的格式和内容参见附录 B 中的 B.2。

6.3 浸出过程

应记录浸出试验方法、浸出试验温度、浸出容器型号、浸出开始时间、浸出液更换周期、浸出截止时间等试验过程信息。浸出过程的格式参见附录 B 中的 B.3。

6.4 分析方法

应详细说明所用的分析测量方法,包括方法的准确度和精密度。对于放射化学分析,应说明每种核素的测定方法,尤其是它们的刻度方法和所用的标准源或标准溶液。浸出液分析的格式参见附录 B 中的 B.4。

6.5 浸出试验结果

浸出试验结果以浸出率 R_t 及累积浸出分数 P_t 与浸出时间 t 的关系表示,计算方法同 5.7 条。

报告浸出试验结果时三个平行样品至少应有两个的试验数据重复性较好,并对较差的一组试验数据作出合理解释。

附录 A
(资料性附录)
短期浸出试验方法

A.1 样品测量

同 5.1 条。

A.2 浸出试验开始

a) 样品用化学惰性的尼龙丝悬挂在浸出容器中,加入浸出剂的体积按式(A.1)计算:

$$\frac{\text{浸出剂体积}(\text{cm}^3)}{\text{样品总表面积}(\text{cm}^2)} = (10 \pm 0.2)\text{cm} \dots\dots\dots(\text{A.1})$$

b) 如果加入浸出剂体积与本规定不符,则报告中应注明实际加入体积及变动的原因。

c) 浸出时不允许搅动。

A.3 浸出温度

浸出试验在 $22.5\text{ }^\circ\text{C} \pm 2\text{ }^\circ\text{C}$ 下进行。

A.4 更换浸出剂

同 5.4。

A.5 更换周期

从试验开始在累积浸出时间 2 h、7 h 和 24 h 更换浸出剂。后续的浸出液取样和浸出剂更换按照 24 h 的间隔进行,持续 4 d,标准试验周期共为 5 d。作为对浸出试验的延伸,5 d 后可增加 3 个浸出周期,分别是 14 d、28 d 和 43 d,整个试验共 90 d。

如果浸出更换周期与本操作程序的规定不符,报告中应注明实际更换周期及变动的原因。

A.6 数据处理

浸出试验结果以浸出率 R_n 及累积浸出分数 P_t 与浸出时间 t 的关系表示,计算方法同 5.7。

附录 B
(资料性附录)
浸出试验报告

B.1 试验样品描述

对试验样品的描述具体包括如下内容：

样品编号 _____

样品中废物的包容量($w\%$ 或 $v\%$): _____

废物类型(关键放射性核素组成及对应比活度) _____

固化剂类型和组成 _____

固化配方 _____

样品形状和尺寸:

球 体, 直径(cm) _____

圆柱体, 直径(cm) _____ 高(cm) _____

平行六面体, 长(cm) _____ 宽(cm) _____ 高(cm) _____

其他形状 _____ 尺寸 _____

样品初始质量(g) _____

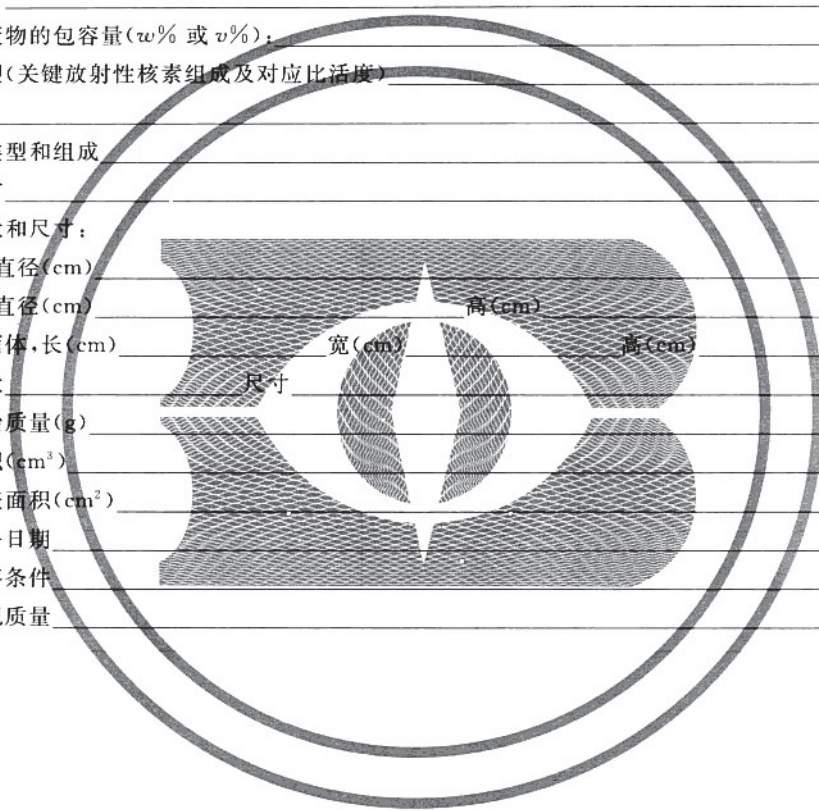
样品体积(cm^3) _____

样品总表面积(cm^2) _____

样品制备日期 _____

样品贮存条件 _____

样品外观质量 _____



B.2 浸出剂和浸出液描述

浸出试验编号			
操作人员			
参数测量仪器型号			
检定情况			
浸出剂组成			
浸出剂	pH	$E_d/(\mu\text{S}/\text{m})$	体积/ cm^3
浸出液编号	pH	$E_d/(\mu\text{S}/\text{m})$	备注

B.3 浸出过程描述

对浸出过程的描述应包括如下内容：

样品类型_____

样品编号_____

浸出容器材质和规格_____

浸出剂类型_____ 体积_____

浸出试验温度_____

浸出开始时间_____

浸出液更换时间(周期)_____

浸出截止时间_____

试验地点_____

试验人员_____

B.4 浸出液分析描述

对浸出液分析的描述应包括如下内容：

浸出液编号_____

分析实验室_____

分 析 人_____

分析时间_____

分析仪器名称_____

 型号_____

 标定及刻度有效期_____

核素类型_____

活度读数(Bq)_____

样品体积(cm^3)_____

样品中对应核素的活度浓度(Bq/cm^3)_____

平行样的数量_____ 编号_____

平行样品中对应核素的活度浓度(Bq/cm^3)_____

求平均值后对应核素的活度浓度(Bq/cm^3)_____
