

РЕАЛИЗАЦИЯ ЕДИНСТВА ИЗМЕРЕНИЙ ХАРАКТЕРИСТИК РАО ПРИ ПЕРЕДАЧЕ НА ЗАХОРОНЕНИЕ

А. Н. Дорофеев¹, Б. С. Зиннуров¹, А. П. Варлаков², А. В. Германов², М. В. Ивлиев²,
М. В. Чаузова², С. Н. Калмыков³, В. Г. Петров³

¹Госкорпорация «Росатом», Москва

²АО «Высокотехнологический научно-исследовательский институт неорганических материалов
им. академика А. А. Бочвара», Москва

³Химический факультет МГУ им. М. В. Ломоносова, Москва

Статья поступила в редакцию 22 марта 2023 г.

Реализована система мероприятий по обеспечению единства измерений характеристик РАО для подтверждения их соответствия критериям приемлемости для захоронения, в рамках которой АО «ВНИИНМ» были разработаны Единые отраслевые методические указания по определению радиационных характеристик отходов, типовые методики измерений и испытаний, а также стандарт Госкорпорации «Росатом» по контролю показателей физико-химических свойств и характеристик формы радиоактивных отходов (РАО).

Ключевые слова: методики измерений, радиоактивные отходы, критерии приемлемости, передача на захоронение.

На предприятиях Госкорпорации «Росатом» в ходе текущей деятельности, а также при реализации проектов по выводу из эксплуатации (ВЭ) ядерно и радиационно опасных объектов (ЯРОО) образуется большой объем твердых (ТРО) и жидких (ЖРО) РАО различной морфологии: грунты, оборудование, металл, строительные отходы, пластикат, средства индивидуальной защиты, отходы после дезактивации и т. д., которые подлежат переработке и/или захоронению.

В целях обеспечения безопасности захоронения РАО, Федеральной службой по экологическому, технологическому и атомному надзору были утверждены федеральные нормы и правила в области использования атомной энергии «Критерии приемлемости радиоактивных отходов для захоронения» (НП-093-14) [1], являющиеся обязательными для всех лиц, осуществляющих деятельность в области использования атомной энергии, и действующие на всей

территории Российской Федерации [2]. На их основе должны разрабатываться критерии приемлемости для размещения в определенный пункт захоронения РАО (ПЗРО). Они устанавливаются и обосновываются в проекте ПЗРО и в отчете по обоснованию его безопасности, после чего утверждаются приказом ФГУП «НО РАО».

Согласно требованиям НП-093-14 организация, в результате деятельности которой образуются РАО, обеспечивает собственными силами или с привлечением специализированных организаций по обращению с отходами приведение их в соответствие критериям приемлемости для захоронения в ПЗРО и подтверждает это соответствие. Этот документ также устанавливает показатели, количественные и качественные значения которых должны определяться при данном подтверждении и включают в себя:

- характеристики радиоактивного содержимого упаковки с ТРО:

- вид отходов и их физическая форма;
- радиационные свойства;
- общую активность упаковки (партии) РАО;
- содержание и (или) концентрацию ядерно опасных делящихся нуклидов (ЯОДН);
- физико-химические свойства;
- характеристики формы РАО;
- характеристики контейнера (упаковочного комплекта);
- характеристики упаковки РАО.

Подтверждение соответствия РАО критериям приемлемости для захоронения может быть выполнено, исходя из фактического подтверждения нормируемых показателей (справок на основе проектной и/или эксплуатационной документации, результатов прямых или косвенных измерений параметров технологического процесса переработки и кондиционирования РАО, актов отбора и испытаний их проб, проведенных лабораторией) либо по результатам контроля аналитическими методами (выполнение измерений или испытаний показателей свойств РАО). Однако при реализации различных проектов, особенно по ВЭ ЯРОО, для образующихся отходов невозможно установить источники их образования или обеспечить однородность морфологического состава при сборе, сортировке и контейнеризации. В этом случае использование аналитических методов для контроля соответствия таких отходов является безальтернативным.

Для содействия соблюдению норм и правил НП-093-14 при подтверждении соответствия РАО критериям приемлемости для захоронения в 2020 году Федеральной службой по экологическому, технологическому и атомному надзору было разработано и введено в действие руководство по безопасности РБ-155-20 [3]. Оно содержит рекомендации по определению порядка, объема, методов и средств контроля за РАО, а также ограничивает случаи, в которых необходим аналитический контроль нормируемых показателей, и содержит общие указания по его организации, которые, однако, не позволяют проводить их измерения/испытания. Для большинства нормируемых показателей РАО в [3] даны ссылки на государственные стандарты, объекты исследования которых схожи с РАО, но имеют существенные различия с ними, а главное, они не учитывают особенности обращения с радиоактивными материалами. Руководство по безопасности [3] также рекомендует организации — производителю РАО и предприятиям, осуществляющим их кондиционирование, разрабатывать документ (например, норматив, положение, инструкцию), регламентирующий

контроль характеристик (свойств) РАО в целях их соответствия критериям приемлемости для захоронения. В нем рекомендуется приводить сведения о требованиях, предъявляемых к используемым средствам измерений, методикам отбора проб и выполнения испытаний. Для обеспечения достоверности получаемых результатов руководство по безопасности [3] рекомендует использовать методики выполнения измерений, область применения которых распространяется на измеряемые характеристики РАО.

Помимо требований НП-093-14 и РБ-155-20, к контролю нормируемых показателей РАО предъявляются требования со стороны законодательства Российской Федерации в области обеспечения единства измерений, поскольку, в соответствии с Федеральным законом «Об обеспечении единства измерений» [4], они выполняются при осуществлении деятельности в области использования атомной энергии, относятся к сфере государственного регулирования обеспечения единства измерений и должны выполняться по аттестованным методикам (методам) с применением средств утвержденного типа, прошедших поверку. Таким образом, для определения показателей РАО в целях подтверждения их соответствия критериям приемлемости для захоронения необходимы разработка и аттестация методик измерений.

На федеральном уровне требования к их содержанию и оформлению указываются в ГОСТ Р 8.563-2009 [5] и ГОСТ 8.010-2013 [6], в области использования атомной энергии существуют также дополнительные требования к содержанию и оформлению методик измерений, установленные ГОСТ Р 8.932-2017 [7] и приказом Госкорпорации «Росатом» от 31.10.2013 № 1/10-НПА [8].

Кроме того, ГОСТ Р 8.932-2017 [7] классифицирует методики измерений на типовые и рабочие. Если операции и правила выполнения измерений (испытаний) одних и тех же величин аналогичны для различных (но однотипных) объектов и разных (но близких) условий их проведения, то целесообразна разработка типовой методики, регламентирующей требования для всех объектов и/или условий [7]. Такие технологии не подлежат метрологической аттестации, но содержат значения метрологических характеристик, отражающие достигнутый минимальный уровень метрологического обеспечения и технического оснащения лаборатории. Для непосредственной работы на предприятиях на основе типовых методик должны быть разработаны и аттестованы рабочие методики измерений, показатели точности которых определяются экспериментальным или расчетным путем с учетом области

применения конкретной методики и используемых средств измерения в соответствии с ГОСТ Р 8.997-2021.

По заказу Госкорпорации «Росатом» в АО «ВНИИНМ» ведутся работы по разработке методического обеспечения измерений характеристик РАО, в рамках которых разработаны Единые отраслевые методические указания (ЕОМУ) по измерениям радиационных характеристик отходов [9], типовые методики измерений радиационных характеристик и физико-химических свойств, а также показателей формы РАО, и стандарт Госкорпорации «Росатом» по контролю этих показателей на соответствие критериям приемлемости для захоронения.

Контроль радиационных характеристик РАО

Для установления общего порядка выполнения измерений при контроле радиационных характеристик РАО разработанные и утвержденные приказом Госкорпорации «Росатом» ЕОМУ

содержат рекомендации по проведению отбора проб отходов различной морфологии, выбору методов и средств измерений, обработке и представлению результатов измерений. В них даны указания по применению современных инструментальных методов, основанных на альфа-, бета-, гамма-спектрометрии, позволяющих минимизировать погрешности определения радиационных характеристик РАО.

В дополнение к ЕОМУ был разработан ряд типовых методик измерений удельной активности легкодетектируемых (ЛДР) и труднодетектируемых (ТДР) радионуклидов в РАО разного происхождения методами гамма- и жидкостно-сцинтилляционной (ЖС) спектрометрии, а также расчетная методика по применению метода радионуклидного вектора для определения активности ТДР в упаковках с РАО, ранее апробированная на объектах ФГУП «РАДОН» [10]. Перечень и характеристики разработанных типовых методик в виде отраслевых инструкций приведены в табл. 1.

Таблица 1. Типовые методики измерений радиационных характеристик отходов

Название методики	Метод	Диапазон измерений	Погрешность
ОИ 001.871-2019			
Измерение удельной активности гамма-излучающих радионуклидов в отходах в виде строительных отходов, пластика, фрагментов оборудования, СИЗ, грунтов, размещенных в упаковках и стандартных контейнерах объемом до 3,1 м ³	Гамма-спектрометрия в месте размещения упаковки РАО с расчетным методом калибровки по эффективности	От 100 до 10 ⁸ Бк/кг	Не более 70 % при P=0,95
ОИ 001.872-2019			
Подготовка счетных образцов и измерение удельной активности гамма-излучающих радионуклидов методом гамма-спектрометрии в пробах отходов в виде строительных отходов, пластика, фрагментов оборудования, СИЗ, грунтов	Гамма-спектрометрия счетных образцов небольшого объема в условиях лаборатории	От 0,1 до 10 ⁸ Бк/кг	Не более 30 % при P=0,95
ОИ 001.873-2019			
Подготовка счетных образцов и измерение удельной активности изотопов плутония, методом ЖС-спектрометрии в пробах отходов в виде строительных отходов, пластика, фрагментов оборудования, СИЗ, грунтов	ЖС-спектрометрия альфа-излучения изотопов ²³⁸ Pu, ²³⁹⁺²⁴⁰ Pu и бета-излучения ²⁴¹ Pu с предварительным радиохимическим выделением плутония методами экстракции, ионного обмена или экстракционной хроматографии и контролем химического выхода по трассеру ²³⁶ Pu или ²⁴² Pu	От 10 до 10 ⁷ Бк/кг	Не более 40 % при P=0,95
ОИ 001.874-2019			
Подготовка счетных образцов и измерение удельной активности изотопов урана методом ЖС-спектрометрии в пробах отходов в виде строительных отходов, пластика, фрагментов оборудования, СИЗ, грунтов	ЖС-спектрометрия альфа-излучения изотопов ²³⁸ U, ²³⁵ U и ²³⁸ U с предварительным радиохимическим выделением урана методами экстракции или экстракционной хроматографии и контролем химического выхода по трассеру ²³² U	От 10 до 10 ⁵ Бк/кг	Не более 40 % при P=0,95
ОИ 001.875-2019			
Подготовка счетных образцов и измерение удельной активности стронция-90 методом ЖС-спектрометрии в пробах отходов в виде строительных отходов, пластика, фрагментов оборудования, СИЗ, грунтов	ЖС-спектрометрия бета-излучения ⁹⁰ Sr с предварительным радиохимическим выделением стронция и контролем химического выхода по трассеру ⁸⁵ Sr	От 10 до 10 ⁵ Бк/кг	Не более 40 % при P=0,95

Окончание таблицы 1

Название методики	Метод	Диапазон измерений	Погрешность
ОИ 001.950-2021			
Методика измерений удельной активности трития в отходах различной морфологии	ЖС-спектрометрия бета-излучения ^3H с применением установки 307 Sample Oxidizer для его выделения из проб твердых отходов	От 200 до 10^{11} Бк/кг	Не более 30 % при $P=0,95$
ОИ 001.951-2021			
Методика измерений удельной активности ^{14}C в отходах различной морфологии	ЖС-спектрометрия бета-излучения ^{14}C с применением установки 307 Sample Oxidizer для его выделения из проб твердых отходов	От 10^2 до 10^{10} Бк/кг	Не более 30 % при $P=0,95$
ОИ 001.952-2021			
Методика измерений удельной активности ^{36}Cl в отходах различной морфологии	ЖС-спектрометрия бета-излучения ^{36}Cl с предварительным разложением пробы в трубчатой печи с улавливанием хлорсодержащих компонентов в газовой ловушке и выделением хлора с использованием экстракционной хроматографии	От 50 до 10^{10} Бк/кг	Не более 60 % при $P=0,95$
ОИ 001.986-2022			
Методика измерений удельной активности ^{63}Ni в отходах различной морфологии	ЖС-спектрометрия бета-излучения ^{63}Ni с предварительным выделением никеля из проб методом экстракционной хроматографии	От 20 до 10^8 Бк/кг	Не более 40 % при $P=0,95$ при контроле химического выхода никеля; не более 60 % при $P=0,95$ без контроля химического выхода никеля
ОИ 001.987-2022			
Методика измерений удельной активности ^{129}I в отходах различной морфологии	ЖС-спектрометрия бета-излучения ^{129}I после разложения пробы в трубчатой печи с улавливанием йодсодержащих компонентов в газовой ловушке или выщелачивания йода из пробы раствором NaOH и последующим выделением йода с использованием экстракционной хроматографии	От 10 до 10^6 Бк/кг	Не более 60 % при $P=0,95$
ОИ 001.988-2022			
Методика измерений удельной активности ^{55}Fe в отходах различной морфологии	ЖС-спектрометрия оже-электронов ^{55}Fe с предварительным выделением железа из проб методом экстракционной хроматографии	От 20 до 10^8 Бк/кг	Не более 40 % при $P=0,95$ при контроле химического выхода железа; не более 60 % при $P=0,95$ без контроля химического выхода железа
ОИ 001.904-2020			
Измерение удельной активности труднодетектируемых радионуклидов в твердых радиоактивных отходах методом радионуклидного вектора на основании результатов измерений удельной активности реперных радионуклидов	Расчет удельной активности ТДР в упаковке с РАО на основании предварительно полученной регрессионной зависимости между удельными активностями ЛДР и ТДР	-	Расчетная. Зависит от погрешностей измерений удельных активностей ЛДР и ТДР

Как видно из табл. 1, разработка типовых методик измерений радиационных характеристик отходов была выполнена для максимально широкого диапазона измерений удельных активностей радионуклидов, что позволяет использовать их не только в качестве основы

для разработки рабочих методик при характеристике РАО, но и для разработки методик измерений, позволяющих получать достоверные данные о загрязнении радионуклидами материалов при выводе их из-под регулирующего контроля.

Все разработанные методики прошли экспериментальную апробацию на реальных РАО и их имитаторах, в рамках которой подтверждены показатели их точности, а содержание соответствует требованиям к методикам измерений в области использования атомной энергии по [5]–[8], что подтверждается экспертными заключениями метрологического отделения АО «ВНИИНМ», которое исполняет функции Главного научного метрологического центра Госкорпорации «Росатом» (ГНМЦ).

Для соответствия процедур контроля качества измерений требованиям ГОСТ Р 8.984-2019 [11] были разработаны алгоритмы контроля точности (погрешности) измерений удельной активности гамма-излучающих радионуклидов в РАО, размещенных в различных упаковках, в том числе контейнерах для захоронения, с применением аттестованных объектов. Подробное описание разработанных алгоритмов и аттестованных объектов приведено в [9].

Контроль физико-химических свойств РАО и характеристик их формы

Перечень нормируемых в НП-093-14 показателей физико-химических свойств РАО и характеристик их формы достаточно широк. При передаче отходов на захоронение контролю подлежат следующие из них: морфологический (химический) состав, содержание коррозионно-активных, комплексообразующих, токсичных, инфицирующих (патогенных), органических гниющих, биологически активных, легко воспламеняющихся, самовоспламеняющихся, окисляющих веществ, реакционная способность, горючесть, взрывоопасность, содержание свободной жидкости, в том числе органической, тепловыделение и газообразование. При передаче на захоронение РАО, включенных в твердую матрицу, согласно НП-093-14, контролю подлежат следующие характеристики формы РАО: механическая прочность, однородность, пористость, плотность, газо- и водопроницаемость, устойчивость к выщелачиванию, радиационная, термическая и биологическая стойкость.

Реализация контроля нормируемых показателей физико-химических свойств РАО при передаче их на захоронение сталкивается с рядом неточных определений, установленных в НП-093-14:

- для некоторых показателей не дано точное определение, в частности для показателей «Содержание свободной жидкости», «Содержание органических гниющих, биологически активных и разлагающихся веществ»;

- не установлены перечни конкретных веществ, подлежащих контролю, а только их группы по свойствам, например, «Содержание комплексообразующих веществ», «Содержание коррозионно-активных веществ» и др.;
- не установлены количественные значения, в т. ч. для показателей «Содержание коррозионно-активных веществ», «Содержание окисляющих веществ», «Содержание органических гниющих, биологически активных и разлагающихся веществ» и др.

В АО «ВНИИНМ» для решения задачи контроля за требованиями к критериям приемлемости РАО для захоронения разработаны типовые методики измерений показателей физико-химических свойств отходов (табл. 2), измерений при испытаниях качества цементных компаундов с РАО (табл. 3) и стандарт Госкорпорации «Росатом» по контролю этих показателей и характеристик форм РАО на соответствие критериям приемлемости для захоронения (далее — Стандарт).

При разработке типовых методик измерений показателей физико-химических свойств отходов и измерений при испытаниях качества цементных компаундов с РАО были:

- выбраны, обоснованы и экспериментально проверены оптимальные методы измерений и испытаний (главные требования к ним — обеспечение достоверности результатов, простота, доступность для реализации на предприятиях, максимально широкая область применения);
- приняты рекомендации РБ-155-20;
- впервые были разработаны конкретные операции, которые необходимо выполнять персоналу предприятий при экспериментальном подтверждении соответствия РАО критериям приемлемости для захоронения;
- установлены процедуры контроля качества измерений;
- установлены показатели точности выполняемых при этом измерений.

Стандарт, разработанный при научной поддержке химического факультета МГУ имени М. В. Ломоносова, распространяется на процессы, осуществляемые при подтверждении соответствия отходов критериям приемлемости для размещения ТРО в пункты захоронения согласно требованиям НП-093-14, и устанавливает порядок проведения контроля за показателями физико-химических свойств радиоактивного содержимого упаковок РАО и характеристик их формы, а также типовые методики их измерений и испытаний.

- Стандарт будет применяться при контроле:
- соответствия РАО (или их партии) критериям приемлемости для захоронения по показателям содержания химических веществ

Таблица 2. Типовые методики измерений показателей физико-химических свойств РАО

Название методики	Метод	Диапазон измерений	Погрешность
ОИ 001.907-2020			
Методика измерений содержания органических гниющих, биологически активных и разлагающихся веществ в РАО	Для ЖРО – измерение общего и неорганического углерода в водных средах с использованием анализатора углерода на основе детекторов инфракрасного излучения и расчет по их разнице органического углерода. Для ТРО – определение содержания органических веществ по убыли массы при прокаливании проб до постоянной массы после удаления хлоридов и карбонатов	ЖРО: от 1 до 100 мг/дм ³ ; ТРО: от 1 до 500 г/кг	Не более 30 % при P=0,95
ОИ 001.908-2020			
Методика измерений содержания свободной жидкости в РАО	Измерение массы жидкости, которую можно выделить при механическом воздействии на материал пробы РАО, например, при дренировании, центрифугировании или фильтровании. Тип воздействия выбирается в зависимости от морфологии материала РАО и его влажности	От 2 до 33 % от массы радиоактивного содержимого упаковки	Не более 1 % (абс.) при P=0,95
ОИ 001.906-2020			
Методика измерений тепловыделения в РАО	Расчетная оценка тепловыделения упаковки РАО по результатам измерений активностей (удельных активностей) нуклидов в ее радиоактивном содержимом с дополнительным контролем температуры ее стенки	От 10 до 3 кВт/м ³	Зависит от радионуклидного состава и погрешностей измерений их удельных активностей, не более 80 % при P=0,95

Таблица 3. Типовые методики измерений при испытаниях качества цементных компаундов с РАО

Название методики	Метод	Диапазон измерений	Погрешность
ОИ 001.909-2020			
Методика испытаний цементных компаундов с радиоактивными отходами на механическую прочность	Измерение минимальных усилий, приводящих к разрушению специально изготовленных контрольных образцов цементного компаунда с РАО в условиях статической нагрузки с постоянной скоростью ее нарастания, и последующее вычисление напряжений при этом	Предел прочности при сжатии от 1 до 50 МПа (от 10,2 до 509 кгс/см ²)	Не более 50 % при P=0,95
ОИ 001.915-2020			
Методика испытаний цементных компаундов с радиоактивными отходами на термическую стойкость	Сравнение значений механической прочности основных образцов цементных компаундов с РАО после 30 циклов попеременного замораживания и оттаивания в диапазоне температур от -40 °С до +40 °С и показателей при сжатии контрольных образцов в эквивалентном возрасте твердения, не подвергнутых испытаниям	Предел прочности при сжатии от 1 до 50 МПа	Не более 50 % при P=0,95
ОИ 001.917-2020			
Методика испытаний цементных компаундов с радиоактивными отходами на устойчивость к длительному пребыванию в воде	Сравнение значений механической прочности основных образцов цементных компаундов с РАО после воздействия воды в течение 90 суток и показателей при сжатии контрольных образцов в эквивалентном возрасте твердения, не подвергнутых испытаниям	Предел прочности при сжатии от 1 до 50 МПа	Не более 50 % при P=0,95
ОИ 001.919-2020			
Методика испытаний цементных компаундов с радиоактивными отходами на химическую устойчивость методом длительного выщелачивания	Метод испытаний цементных компаундов с РАО на химическую устойчивость при длительном контакте с водной средой (водоустойчивость) заключается в определении скорости выщелачивания радионуклидов из контрольных образцов в контактную водную среду по результатам измерения в ней активности радионуклидов в определенные периоды времени	Скорость выщелачивания радионуклидов от 1·10 ⁻⁷ до 1·10 ⁻¹ г·см ⁻² ·сут ⁻¹	Не более 35 % (P=0,95), при измерении активности радионуклидов с погрешностью не более 10 %

(комплексообразующих, окисляющих, коррозионно-активных, токсических) при отсутствии информации о материалах, используемых в технологических процессах, сопровождающихся образованием отходов;

- показателей физико-химических свойств РАО (или их партии): горючесть, взрывоопасность, газообразование, реакционная способность, содержание легковоспламеняющихся и самовозгорающихся веществ, содержание органических гниющих, инфицирующих (патогенных), биологически активных и

разлагающихся веществ, содержание свободной жидкости;

- параметров, относящихся к характеристикам формы РАО (или их партии): однородности, пористости, плотности, газопроницаемости, водопроницаемости, биологической и радиационной стойкости.

Основные типовые методики измерений и испытаний, установленные Стандартом для контроля показателей физико-химических свойств радиоактивного содержимого упаковок с РАО, представлены в табл. 4.

Таблица 4. Типовые методики измерений и испытаний показателей физико-химических свойств радиоактивного содержимого упаковок с РАО, установленные Стандартом

Измеряемый/испытываемый параметр	Метод измерений/испытаний	Диапазон измерений/критерий положительного результата испытаний	Погрешность измерений
Морфологический состав			
Массовая доля компонента РАО	Гравиметрический метод – расчет массовых долей компонентов, составляющих ТРО, по результатам измерения их массы в упаковке	От 1 до 100 %	Не более 1 % (абс.) при $P=0,95$
Содержание комплексообразующих веществ			
Суммарное содержание комплексообразующих веществ в упаковке с РАО	Измерение концентрации отдельных комплексообразующих веществ в ЖРО или водной вытяжке из проб ТРО с последующим пересчетом в суммарное содержание комплексообразующих веществ в упаковке с РАО	В соответствии с применяемыми методиками количественного химического анализа	
Массовая доля комплексообразующих веществ в радиоактивном содержимом упаковки РАО	Оценка общего содержания комплексообразующих веществ в РАО по степени их связывания в водорастворимые комплексные соединения с европием	От 0,20 до 5 %	Не более 15 % при $P=0,95$
Содержание окисляющих веществ			
Суммарное содержание окисляющих веществ в упаковке РАО	Измерение концентрации отдельных окисляющих веществ – нитрат-ионы (NO_3^-), хромат-ионы (CrO_4^{2-}), дихромат-ионы ($\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$), перхлорат-ионы (ClO_4^-) и перманганат-ионы (MnO_4^-) – в ЖРО или водной вытяжке из проб ТРО с последующим пересчетом в суммарное содержание окисляющих веществ в упаковке РАО	В соответствии с применяемыми методиками количественного химического анализа	
Окисляющая способность	Сравнение продолжительностей горения смесей материала ТРО с горючим веществом с продолжительностью материала ТРО горения смеси бромата калия с горючим веществом	Проба ТРО, смешанная с целлюлозой в пропорции 1:1 или 4:1, не воспламеняется и не горит или имеет среднюю продолжительность горения, превышающую данный показатель для бромата калия, смешанного с целлюлозой в пропорции 3:7	–
Массовая доля пероксидов в пересчете на активный кислород (О) в органических ЖРО	Измерение содержания органических пероксидов в органических ЖРО с применением йодометрического метода	От 0,05 до 5 %	Не более 30 % при $P=0,95$
Содержание коррозионно-активных веществ			
Суммарное содержание коррозионно-активных веществ в упаковке РАО	Измерение концентрации отдельных коррозионно-активных веществ – агрессивная углекислота (CO_2), ионы магния (Mg^{2+}), ионы аммония (NH_4^+), едкие щелочи (Na^+ и K^+), хлорид-ионы (Cl^-), сульфат-ионы (SO_4^{2-}), нитрат-ионы (NO_3^-) – в ЖРО, пробе свободной жидкости из упаковки РАО или водной вытяжке из проб ТРО с последующим пересчетом в суммарное содержание коррозионно-активных веществ в упаковке	В соответствии с применяемыми методиками количественного химического анализа	

Продолжение таблицы 4

Измеряемый/ испытуемый параметр	Метод измерений/испытаний	Диапазон измерений/ критерий положительного результата испытаний	Погрешность измерений
Содержание химических токсичных веществ			
Класс опасности отходов по степени негативного воздействия на окружающую среду	Определение ориентировочного водно-миграционного показателя ацетатно-буферной вытяжки (рН=4,8) из проб ТРО или отвержденных ЖРО по результатам измерений концентрации отдельных токсичных веществ	В соответствии с применяемыми методиками количественного химического анализа	
Горючесть			
Определение группы горючести: максимальное приращение температуры при испытаниях образца;	Оценка поведения образцов в температурных условиях, способствующих горению	От 0 до 600 °С	Не более 10 °С при P=0,95
Уменьшение массы образцов при испытаниях		От 0 до 100 %	Не более 10% при P=0,95
Содержание легковоспламеняющихся и самовозгорающихся веществ			
Температура вспышки при испытаниях ЖРО	Нагревание образца ЖРО с заданной скоростью при периодическом зажигании выделяющихся паров в аппарате Пенски – Мартенса, установление факта наличия или отсутствия вспышки при фиксируемой температуре	От 0 до 300 °С	Не более 2 °С при P=0,95
Способность ТРО и ЖРО воспламеняться при взаимодействии с воздухом	Выдержка образцов ТРО и ЖРО на воздухе и определение времени до воспламенения	ТРО или ЖРО относят к пирофорным веществам, если во время испытания произошло воспламенение образца	–
Способность взрываться			
Наличие органических взрывчатых веществ в упаковке РАО	Испытание на наличие паров органических взрывчатых веществ с использованием газоанализаторов	РАО соответствуют критерию, если не установлены признаки наличия органических взрывчатых веществ	–
Содержание взрывоопасных неорганических веществ в РАО, представляющих собой концентрированные солевые растворы, солевые остатки и плавы	Измерение содержания взрывоопасных неорганических веществ: нитрат-ионы (NO ₃ ⁻), нитрит-ионы (NO ₂ ⁻), аммоний (NH ₄ ⁺), мочевины ((NH ₂) ₂ CO), перекись водорода (H ₂ O ₂), гидразин (N ₂ H ₄)	В соответствии с применяемыми методиками количественного химического анализа	
Способность материала РАО взрываться	Испытания взрывчатых свойств проб РАО методом вспышки	РАО относят к взрывчатым веществам, если во время испытания произошла характерная вспышка	–
Газообразование			
Удельная скорость газообразования	Испытание способности РАО к газообразованию при контакте с дистиллированной водой и без него, оценка поведения испытуемого образца и измерение объема выделившегося газа	От 0,1 до 100 дм ³ /(кг·ч) (при контакте с водой); от 0,01 до 5 дм ³ /(кг·ч) (без контакта с водой)	Не более 15 % при P=0,95
Содержание инфицирующих (патогенных) веществ			
Степень обеззараживания РАО при их контаминации возбудителями инфекционных болезней повышенной устойчивости	Посев микроорганизмов, содержащихся в РАО, и выявление роста их колоний	РАО соответствует критерию, если не выявлен рост колоний микроорганизмов	–
Однородность формы РАО			
Содержания химических элементов	Измерение массовых долей химических элементов в пробах формы РАО методом рентгенофлуоресцентной спектроскопии	От 1 % масс. до 90 % масс. (от 10 до 900 мг/г)	Не более 25 % при P=0,95

Окончание таблицы 4

Измеряемый/ испытываемый параметр	Метод измерений/испытаний	Диапазон измерений/ критерий положительного результата испытаний	Погрешность измерений
Пористость формы РАО			
Пористость образца (доля объема пор)	Испытания пористости контрольных образцов формы РАО методом гидростатического взвешивания или с использованием гелиевого пикнометра	От 0 % до 70 %	Не более 10% при $P=0,95$
Плотность формы РАО			
Кажущаяся плотность	Измерения кажущейся плотности образца формы РАО методом гидростатического взвешивания	От 0,2 до 5 г/см ³	Не более 0,01 г/см ³ при $P=0,95$
Истинная плотность	Измерение истинной плотности образца формы РАО пикнометрическим методом	От 1 до 7 г/см ³	Не более 0,005 г/см ³ при $P=0,95$
Газопроницаемость формы РАО			
Газопроницаемость	Измерение газопроницаемости образцов формы РАО вакуумметрическим и/или манометрическим методом	От 10 ⁻¹¹ до 10 ⁻⁸ м/(Па·с) (вакуумметрический метод); от 10 ⁻¹⁸ до 2·10 ⁻¹² м/(Па·с) (манометрический метод)	Не более 10% при $P=0,95$
Водопроницаемость формы РАО			
Максимальное давление воды, при котором еще не наблюдается ее фильтрация через образец формы РАО	Подача воды к нижней торцевой поверхности образца формы РАО со ступенчатым повышением ее давления по 0,2 МПа до тех пор, пока на верхней торцевой поверхности образца не появятся признаки фильтрации воды в виде капель или мокрого пятна	Форма РАО соответствует критерию, если определенное при испытаниях максимальное давление воды находится в установленных пределах	–
Биологическая стойкость формы РАО			
Механическая прочность. Предел прочности при сжатии	Сравнение предела прочности при сжатии для основных образцов формы РАО, подвергнутых воздействию микроорганизмов-биодеструкторов, с требованиями федеральных норм и правил в области использования атомной энергии НП-019-15 [12]	От 1 до 50 МПа (от 10,2 до 509 кгс/см ²)	Не более 50% при $P=0,95$
Радиационная стойкость цементного компаунда с РАО			
Предел прочности при сжатии		От 1 до 50 МПа (от 10,2 до 509 кгс/см ²)	Не более 50% при $P=0,95$
Скорость выщелачивания радионуклидов ¹³⁷ Cs и ⁹⁰ Sr	Сравнение значений механической прочности и водостойчивости основных образцов цементного компаунда с РАО, подвергнутых облучению гамма-квантами или электронами до установленной поглощенной дозы, и контрольных образцов цементного компаунда с РАО в эквивалентном возрасте твердения, не подвергнутых испытаниям	От 1·10 ⁻⁷ до 1·10 ⁻¹ г/(см ² ·сут)	Не более 35% ($P=0,95$) при измерении активности радионуклидов с погрешностью не выше 10%

Проект Стандарта согласован с предприятиями Госкорпорации «Росатом», НТЦ ЯРБ и Федеральной службой по экологическому, технологическому и атомному надзору и прошел научно-техническую экспертизу рабочей группы специалистов ФГУП «НО РАО», ФГУП «РАДОН», ФГУП «ФЭО», АО «ВНИИАЭС», ФГУП «ПО «Маяк», АО «Концерн Росэнергоатом», АО «Радиовый институт». Метрологическая экспертиза проекта Стандарта была выполнена ГНМЦ и ЧУ «Атомстандарт». Типовые методики измерений и испытаний, приведенные в Стандарте, соответствуют требованиям к выполнению

измерений в области использования атомной энергии [5] – [8].

Стандарт будет утвержден приказом Госкорпорации «Росатом», после чего станет обязательным для исполнения на всех предприятиях отрасли, осуществляющих обращение с РАО, в том числе в организациях, осуществляющих приведение РАО в соответствие критериям приемлемости для захоронения и подтверждение соответствия РАО критериям приемлемости для захоронения согласно требованиям федеральных норм и правил НП-093-14 [1], а также в организациях, осуществляющих разработку

технологий и оборудования для кондиционирования РАО.

Важным элементом реализации единства проводимых измерений и основным инструментом внешнего контроля качества выполняемых измерений являются межлабораторные сличительные испытания (МСИ), в рамках которых предприятия — участники МСИ выполняют измерения характеристик образцов контроля, специально подготовленных организацией-провайдером.

АО «ВНИИНМ» является аккредитованным провайдером МСИ и ежегодно реализует 15—20 программ в области лабораторных измерений характеристик продукции и проб окружающей среды по заказу Госкорпорации «Росатом», АО «ТВЭЛ» и других организаций (отчеты о проведенных МСИ с 2019 г. регулярно публикуются на официальном сайте АО «ВНИИНМ» в сети Интернет). Для реализации единства измерений характеристик РАО, в том числе радиационных (удельной и общей активности гамма-излучающих радионуклидов), также необходимо внедрение практики проведения МСИ, которые ранее не проводились. Эти данные позволят оценить правильность и достоверность определений радиационных характеристик упаковок РАО на каждом предприятии — участнике МСИ, выявить и устранить проблемы в их организации и выполнении, а также обеспечить сопоставимость результатов на предприятиях отрасли, осуществляющих передачу РАО на захоронение в ФГУП «НО РАО».

Выводы

По заказу Госкорпорации «Росатом» АО «ВНИИНМ» реализует систему измерений характеристик РАО для подтверждения их соответствия критериям приемлемости для захоронения, в рамках которой были разработаны следующие документы:

- ЕОМУ «Измерение радиационных характеристик отходов»;
- типовые методики измерений удельной активности радионуклидов в отходах различной морфологии методами гамма- и ЖС-спектрометрии;
- типовая методика измерений удельной активности ТДР в твердых РАО методом радионуклидного вектора на основании результатов измерений удельной активности реперных радионуклидов;
- типовые методики измерений показателей физико-химических свойств РАО (содержания в них органических гниющих, биологически

активных и разлагающихся веществ, свободной жидкости, тепловыделения);

- типовые методики измерений при испытаниях качества цементных компаундов с РАО;
- Стандарт Госкорпорации «Росатом» по контролю за показателями физико-химических свойств и характеристик формы РАО на соответствие критериям приемлемости для захоронения.

Все типовые методики, приведенные в перечисленных документах, прошли метрологическую экспертизу в ГНМЦ и ЧУ «Атомстандарт» и соответствуют требованиям к методикам измерений в области использования атомной энергии.

В настоящее время на основе разработанных типовых методик измерений АО «ВНИИНМ» разрабатывает рабочие методики измерений радиационных характеристик РАО для Центров компетенции по ВЭ ЯРОО АО «ТВЭЛ» с учетом имеющегося на предприятиях оборудования и требуемой области применения.

Комплекс разработанных документов является основой для планирования и выполнения работ по подтверждению соответствия РАО критериям приемлемости при передаче их на захоронение Национальному оператору. Методики измерений радиационных характеристик могут быть использованы для измерения удельной активности радионуклидов в отходах при выводе их из-под регулирующего контроля.

Литература

1. НП-093-14. Федеральные нормы и правила в области использования атомной энергии. Критерии приемлемости радиоактивных отходов для захоронения.
2. Федеральный закон от 21 ноября 1995 г. № 170-ФЗ «Об использовании атомной энергии».
3. РБ-155-20. Руководство по безопасности при использовании атомной энергии. Рекомендации по порядку, объему, методам и средствам контроля радиоактивных отходов в целях подтверждения их соответствия критериям приемлемости для захоронения.
4. Федеральный закон от 26 июня 2008 г. № 102-ФЗ «Об обеспечении единства измерений» (ред. от 08.12.2020 г.).
5. ГОСТ Р 8.563-2009. ГСИ. Методики (методы) измерений.
6. ГОСТ 8.010-2013. ГСИ. Методики выполнения измерений. Общие положения.
7. ГОСТ Р 8.932-2017. ГСИ. Требования к методикам (методам) измерений в области использования атомной энергии. Основные положения.

8. Приказ Госкорпорации «Росатом» от 31.10.2013 № 1/10-НПА «Об утверждении метрологических требований к измерениям, эталонам единиц величин, стандартным образцам, средствам измерений, их составным частям, программному обеспечению, методикам (методам) измерений, применяемым в области использования атомной энергии».
9. Варлаков А. П., Ивлиев М. В., Сергеечева Я. В., Чаузова М. В., Дорофеев А. Н., Зиннуров Б. С. Методическое обеспечение измерений радиационных характеристик отходов // Радиоактивные отходы. 2020. № 3 (12). С. 78–86.
10. Варлаков А. П., Сергеечева Я. В., Ивлиев М. В., Варлакова Г. А., Горбунов В. А., Карлин С. В. Применение методологии радионуклидного вектора для определения активности сложнодетектируемых радионуклидов в потоках РАО // Радиоактивные отходы. 2020. № 1 (10). С. 85–91.
11. ГОСТ Р 8.984-2019. ГСИ. Внутренний контроль качества измерений в области использования атомной энергии.
12. НП-019-15. Федеральные нормы и правила в области использования атомной энергии. Сбор, переработка, хранение и кондиционирование жидких радиоактивных отходов. Требования безопасности.

Информация об авторах

Дорофеев Александр Николаевич, кандидат технических наук, руководитель Проектного офиса, Госкорпорация «Росатом» (119017, Москва, ул. Большая Ордынка, д. 24), e-mail: ANDorofeev@rosatom.ru.

Зиннуров Борис Сайфутдинович, эксперт, Госкорпорация «Росатом» (119017, Москва, ул. Большая Ордынка, д. 24), e-mail: BoSaZinnurov@rosatom.ru.

Варлаков Андрей Петрович, доктор технических наук, директор отделения, АО «Высокотехнологический научно-исследовательский институт неорганических материалов им. академика А. А. Бочвара» (123098, Москва, ул. Рогова, д. 5а), e-mail: APVarlakov@bochvar.ru.

Германов Александр Владимирович, кандидат технических наук, начальник отдела, АО «Высокотехнологический научно-исследовательский институт неорганических материалов им. академика А. А. Бочвара» (123098, Москва, ул. Рогова, д. 5а), e-mail: AVGermanov@bochvar.ru.

Ивлиев Михаил Владимирович, кандидат биологических наук, начальник отдела, АО «Высокотехнологический научно-исследовательский институт неорганических материалов им. академика А. А. Бочвара» (123098, Москва, ул. Рогова, д. 5а), e-mail: MiVivliev@bochvar.ru.

Чаузова Мария Владимировна, начальник отдела, АО «Высокотехнологический научно-исследовательский институт неорганических материалов им. академика А. А. Бочвара» (123098, Москва, ул. Рогова, д. 5а), e-mail: mar4a1@rambler.ru.

Калмыков Степан Николаевич, академик РАН, вице-президент РАН, научный руководитель химического факультета МГУ, Химический факультет МГУ им. М. В. Ломоносова (119991, Москва, ул. Ленинские горы, д. 1, стр. 3), e-mail: stepan@radio.chem.msu.ru.

Петров Владимир Геннадиевич, кандидат химических наук, доцент, заведующий лабораторией, Химический факультет МГУ им. М. В. Ломоносова (119991, Москва, ул. Ленинские горы, д. 1, стр. 3), e-mail: vladimir.g.petrov@gmail.com.

Библиографическое описание статьи

Дорофеев А. Н., Зиннуров Б. С., Варлаков А. П., Германов А. В., Ивлиев М. В., Чаузова М. В., Калмыков С. Н., Петров В. Г. Реализация единства измерений характеристик РАО при передаче на захоронение // Радиоактивные отходы. 2023. № 2 (23). С. 8–20. DOI: 10.25283/2587-9707-2023-2-8-20.

ASSURING THE UNIFORMITY IN THE MEASUREMENTS OF RW CHARACTERISTICS DURING WASTE TRANSFER FOR DISPOSAL

Dorofeev A. N.¹, Zinnurov B. S.¹, Varlakov A. P.², Germanov A. V.²,
Ivliev M. V.², Chauzova M. V.², Kalmykov S. N.³, Petrov V. G.³

¹State Corporation Rosatom, Moscow, Russia

²JSC “A. A. Bochvar High-Technology Research Institute of Inorganic Materials”, Moscow, Russia

³Department of Chemistry Moscow State University, Moscow, Russia

Article received on March 22, 2023

The paper discusses the comprehensive measures implemented to ensure the uniformity of measurements as regards the RW characteristics demonstrating their compliance with waste acceptance criteria for disposal. Under this framework, the following regulations have been developed by JSC VNIINM: the Unified Industry Guidelines for the Measurements of Radiation Waste Characteristics, standard measurement and test procedures, as well as the standard of the State Corporation Rosatom for monitoring physical and chemical property indicators and characteristics of the RW form.

Keywords: measurement procedures, radioactive waste, acceptance criteria, transfer for disposal.

References

1. NP-093-14. *Federal'nye normy i pravila v oblasti ispol'zovaniya atomnoi ehnergii. Kriterii priemlemosti radioaktivnykh otkhodov dlya zakhoroneniya* [Federal Norms and Rules in the Field of Atomic Energy Use. Radioactive Waste Acceptance Criteria for Disposal].
2. *Federal'nyi zakon ot 21 noyabrya 1995 g. No. 170-FZ "Ob ispol'zovanii atomnoi ehnergii"* [Federal Law of November 21, 1995 No. 170-FZ On Atomic Energy Use].
3. RB-155-20. *Rukovodstvo po bezopasnosti pri ispol'zovanii atomnoi ehnergii. Rekomendatsii po poryadku, ob"emu, metodam i sredstvam kontrolya radioaktivnykh otkhodov v tselyakh podtverzhdeniya ikh sootvetstviya kriteriyam priemlemosti dlya zakhoroneniya* [Guidelines on the Safe Use of Atomic Energy. Recommendations on the Procedure, Scope, Methods and Means Applied to Monitor the Radioactive Waste Aimed at Demonstrating their Compliance with Waste Acceptance Criteria for Disposal].
4. *Federal'nyi zakon ot 26 iyunya 2008 g. No. 102-FZ "Ob obespechenii edinstva izmerenii"* [Federal Law of June 26, 2008 No. 102-FZ On the Uniformity of Measurements] (as amended on December 8, 2020).
5. GOST R 8.563-2009. *GSI. Metodiki (metody) izmerenii* [GSI. Measurement procedures (methods)].
6. GOST 8.010-2013. *GSI. Metodiki vypolneniya izmerenii. Obshchie polozheniya* [GSI. Measurement procedures. General provisions].
7. GOST R 8.932-2017. *GSI. Trebovaniya k metodikam (metodam) izmerenii v oblasti ispol'zovaniya atomnoi ehnergii. Osnovnye polozheniya* [GSI. Requirements for measurement procedures (methods) in the field of atomic energy use. Basic provisions].
8. *Prikaz Goskorporatsii "Rosatom" ot 31.10.2013 No. 1/10-NPA "Ob utverzhdenii metrologicheskikh trebovaniy k izmereniyam, ehtalonam edinits velichin, standartnym obraztsam, sredstvam izmerenii, ikh sostavnym chastyam, programmnomu obespecheniyu, metodikam (metodam) izmerenii, primenyaemym v oblasti ispol'zovaniya atomnoi ehnergii"* [Order of the State Corporation Rosatom of October 31, 2013 No. 1/10-NPA On the Approved Metrological Requirements for Measurements, Measurement Standards, Standard Samples, Measuring Instruments, their Components, Software, Measurement Procedures (Methods) Applied in the Field of Atomic Energy Use].
9. Varlakov A. P., Ivliev M. V., Sergeecheva Y. V., Chauzova M. V., Dorofeev A. N., Zinnurov B. S. *Metodicheskoe obespechenie izmerenii radiatsionnykh kharakteristik otkhodov* [Methods for Measuring the Radiation Characteristics of Waste]. *Radioaktivnye otkhody — Radioactive Waste*, 2020, no. 3 (12), pp. 78–86. DOI: 10.25283/2587-9707-2020-3-78-86.
10. Varlakov A. P., Sergeecheva Y. V., Ivliev M. V., Varlakova G. A., Gorbunov V. A., Karlin S. V. *Primenenie metodologii radionuklidnogo vektora dlya opredeleniya aktivnosti slozhnodetektiruemykh radionuklidov v potokakh RAO* [Application of the Nuclide-vector Methodology to Determine the Activity of Difficult-to-measure Radionuclides in Radioactive Waste Streams]. *Radioaktivnye otkhody — Radioactive Waste*, 2020, no. 1 (10), pp. 85–91. DOI: 10.25283/2587-9707-2020-1-85-91.
11. GOST R 8.984-2019. *GSI. Vnutrennii kontrol' kachestva izmerenii v oblasti ispol'zovaniya atomnoi ehnergii* [GSI. Internal Quality Control of Measurements in the Field of Atomic Energy Use].

12. NP-019-15. *Federal'nye normy i pravila v oblasti ispol'zovaniya atomnoi ehnergii. Sbor, pererabotka, khranenie i konditsionirovanie zhidkikh radioaktivnykh otkhodov. Trebovaniya bezopasnosti* [Federal Norms and Rules in the Field of Atomic Energy Use Collection, Processing, Storage and Conditioning of Liquid Radioactive Waste. Safety Requirements].

Information about the authors

Dorofeev Aleksandr Nikolaevich, PhD, Head of the Project Office, State Corporation Rosatom (24, Bolshaya Ordynka st., Moscow, 119017, Russia), e-mail: ANDorofeev@rosatom.ru.

Zinnurov Boris Saifutdinovich, expert, State Corporation Rosatom (24, Bolshaya Ordynka st., Moscow, 119017, Russia), e-mail: BoSaZinnurov@rosatom.ru.

Varlakov Andrej Petrovich, Doctor of Sciences, Director of Department, JSC "A. A. Bochvar High-Technology Research Institute of Inorganic Materials" (5a, Rogova st., Moscow, 123098, Russia), e-mail: APVarlakov@bochvar.ru.

Germanov Aleksandr Vladimirovich, PhD, Head of Department, JSC "A. A. Bochvar High-Technology Research Institute of Inorganic Materials" (5a, Rogova st., Moscow, 123098, Russia), e-mail: AVGermanov@bochvar.ru.

Ivliev Michail Vladimirovich, PhD, Chief Specialist, JSC "A. A. Bochvar High-Technology Research Institute of Inorganic Materials" (5a, Rogova st., Moscow, 123098, Russia), e-mail: MiVIvliev@bochvar.ru.

Chauzova Maria Vladimirovna, Department head, JSC "A. A. Bochvar High-Technology Research Institute of Inorganic Materials" (5a, Rogova st., Moscow, 123098, Russia), e-mail: mar4a1@rambler.ru.

Kalmykov Stepan Nikolaevich, Academician of the Russian Academy of Sciences, Vice President of the Russian Academy of Sciences, Scientific Supervisor of Chemical Faculty of MSU, Department of Chemistry Moscow State University (1, b. 3, Leninskie gory st., Moscow, 119991, Russia), e-mail: stepan@radio.chem.msu.ru.

Petrov Vladimir Gennadevich, PhD, Associate Professor, Head of the Laboratory, Department of Chemistry Moscow State University (1, b. 3, Leninskie gory st., Moscow, 119991, Russia), e-mail: vladimir.g.petrov@gmail.com.

Bibliographic description

Dorofeev A. N., Zinnurov B. S., Varlakov A. P., Germanov A. V., Ivliev M. V., Chauzova M. V., Kalmykov S. N., Petrov V. G. Assuring the uniformity in the measurements of RW characteristics during waste transfer for disposal. *Radioactive Waste*, 2023, no. 2 (23), pp. 8–20. DOI: 10.25283/2587-9707-2023-2-8-20. (In Russian).