



سیستم مدیریت ایزو
www.isomanagement.ir

تماس تلفنی جهت دریافت مشاوره:

۱. مشاور دفتر تهران (آقای محسن ممیز)

☎ ۰۹۱۲ ۹۶۳ ۹۳۳۶

۲. مشاور دفتر اصفهان (سرکار خانم لیلا ممیز)

☎ ۰۹۱۳ ۳۲۲ ۸۲۵۹

مجموعه سیستم مدیریت ایزو با هدف بهبود مستمر عملکرد خود و افزایش رضایت مشتریان سعی بر آن داشته، کلیه استانداردهای ملی و بین المللی را در فضای مجازی نشر داده و اطلاع رسانی کند، که تمام مردم ایران از حقوق اولیه شهروندی خود آگاهی لازم را کسب نمایند و از طرف دیگر کلیه مراکز و کارخانه جات بتوانند به راحتی به استانداردهای مورد نیاز دسترسی داشته باشند.

این موسسه اعلام می دارد در کلیه گرایشهای سیستم های بین المللی ISO پیشگام بوده و کلیه مشاوره های ایزو به صورت رایگان و صدور گواهینامه ها تحت اعتبارات بین المللی سازمان جهانی IAF و تامین صلاحیت ایران می باشد.

هم اکنون سیستم خود را با معیارهای جهانی سازگار کنید...





جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۵۸۸۷

چاپ اول

۱۳۹۷

INSO

15887

1st Edition

2019

Identical with
ISO 16797:
2004

انرژی هسته‌ای – آزمون دوام شیمیایی به
روش سوکسله – کاربرد ماتریس‌های شیشه‌ای
برای پسماندهای با سطح پرتوزایی بالا

Nuclear energy—
Soxhlet-mode chemical durability test —
Application to vitrified matrixes for
high-level radioactive waste

ICS: 27.120.99; 13.030.30

استاندارد ملی ایران شماره ۱۵۸۸۷ (چاپ اول): سال ۱۳۹۷

سازمان ملی استاندارد ایران

تهران، ضلع جنوب غربی میدان ونک، خیابان ولیعصر، پلاک ۲۵۹۲

صندوق پستی: ۶۱۳۹-۱۴۱۵۵ تهران-ایران

تلفن: ۵-۸۸۸۷۹۴۶۱

دورنگار: ۸۸۸۸۷۰۸۰ و ۸۸۸۸۷۱۰۳

کرج، شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۱۶۳-۳۱۵۸۵ کرج - ایران

تلفن: ۸-۳۱-۳۲۸۰۶۰۳۱ (۰۲۶)

دورنگار: ۸۱۱۴-۳۲۸۰۸۱۱۴ (۰۲۶)

رایانامه: standard@isiri.gov.ir

وبگاه: <http://www.isiri.gov.ir>

Iranian National Standardization Organization (INSO)

No. 2592 Valiasr Ave., South western corner of Vanak Sq., Tehran, Iran

P. O. Box: 14155-6139, Tehran, Iran

Tel: + 98 (21) 88879461-5

Fax: + 98 (21) 88887080, 88887103

Standard Square, Karaj, Iran

P.O. Box: 31585-163, Karaj, Iran

Tel: + 98 (26) 32806031-8

Fax: + 98 (26) 32808114

Email: standard@isiri.gov.ir

Website: <http://www.isiri.gov.ir>

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

سازمان ملی استاندارد ایران به موجب بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ تنها مرجع رسمی کشور است که وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) ایران را به عهده دارد. تدوین استاندارد در حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب‌نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می‌شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف‌کنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان‌های دولتی و غیردولتی حاصل می‌شود. پیش‌نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی‌نفع و اعضای کمیسیون‌های مربوط ارسال می‌شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادهای در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می‌شود.

پیش‌نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذی‌صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند در کمیته ملی طرح، بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شود که بر اساس مقررات استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که در سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می‌شود به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین‌المللی استاندارد (ISO)^۱، کمیسیون بین‌المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ در کشور فعالیت می‌کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی‌های خاص کشور، از آخرین پیشرفت‌های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین‌المللی بهره‌گیری می‌شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف‌کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست‌محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری کند. سازمان می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استانداردهای کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری کند. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده‌کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز واسنجی (کالیبراسیون) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد این‌گونه سازمان‌ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می‌کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن‌ها اعطا و بر عملکرد آن‌ها نظارت می‌کند. ترویج دستگاه بین‌المللی یکاها، واسنجی وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این سازمان است.

1- International Organization for Standardization

2- International Electrotechnical Commission

3- International Organization for Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legals)

4- Contact point

5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

«انرژی هسته‌ای – آزمون دوام شیمیایی به روش سوکسله – کاربرد ماتریس‌های شیشه‌ای برای پسماندهای با سطح پرتوزایی بالا»

سمت و/یا محل اشتغال:

سازمان انرژی اتمی ایران

رئیس:

شهام، ویدا
(کارشناسی ارشد شیمی)

دبیر:

پژوهشگاه علوم و فنون هسته‌ای – پژوهشکده مواد و سوخت
هسته‌ای

داورخواه، رضا
(دکتری شیمی تجزیه)

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

بازنشسته سازمان انرژی اتمی ایران

انصار کبوترآهنگی، مستانه
(کارشناسی ارشد شیمی هسته‌ای)

دانشگاه مازندران

رشیدی، عباس
(دکتری مهندسی شیمی)

سازمان انرژی اتمی ایران

سجادی، سید عباس
(کارشناسی ارشد فیزیک)

پژوهشگاه علوم و فنون هسته‌ای – پژوهشکده مواد و سوخت
هسته‌ای

سپهریان، حمید
(دکتری شیمی تجزیه)

پژوهشکده سیستم‌های پیشرفته صنعتی

سمیع‌پور، فرهاد
(کارشناسی ارشد مهندسی شیمی)

سازمان انرژی اتمی ایران

سورچی، حبیب
(کارشناسی ارشد مهندسی شیمی)

پژوهشکده سیستم‌های پیشرفته صنعتی

عربلو، رضا
(کارشناسی فیزیک)

سازمان انرژی اتمی ایران

محمدی، حسین
(کارشناسی ارشد فیزیک)

سازمان انرژی اتمی ایران

نوفرستی، محسن
(کارشناسی ارشد مهندسی شیمی)

ویراستار:

پاغنده، معصومه

(کارشناسی ارشد مهندسی مواد)

سمت و/یا محل اشتغال:

کارشناس استاندارد

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ز	پیش‌گفتار
ح	مقدمه
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۲	۲ اصطلاحات و تعاریف
۴	۳ اصول
۴	۴ واکنشگرها
۵	۵ دستگاه
۵	۱-۵ دستگاه سوکسله
۶	۲-۵ ترازوی دقیق
۶	۳-۵ بالن‌ها، پیپت‌ها یا بورت‌های مدرج
۶	۴-۵ آنالیز محلول
۶	۵-۵ اندازه‌گیری pH
۸	۶ آماده‌سازی آزمون
۸	۷ مشخصه‌یابی آزمون
۹	۸ روش انجام آزمون
۹	۱-۸ انجام آزمون بر روی نمونه‌های آزمایشی آماده شده
۱۰	۲-۸ اندازه‌گیری‌ها
۱۰	۳-۸ چارچوب تجربی برای تعیین آهنگ تغییر اولیه در آب خالص در دمای جوش
۱۱	۴-۸ آهنگ تجدید محلول در ظرف قایقی شکل نمونه
۱۱	۹ بیان نتایج
۱۱	۱-۹ افت جرم آزمون
۱۱	۲-۹ آنالیز محلول فروشویی در بویلر
۱۴	۱۰ گزارش آزمون
۱۶	کتاب‌نامه

پیش‌گفتار

استاندارد «انرژی هسته‌ای-آزمون دوام شیمیایی به روش سوکسله- کاربرد ماتریس‌های شیشه‌ای برای پسماندهای با سطح پرتوزایی بالا» که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط بر مبنای پذیرش استانداردهای بین‌المللی به عنوان استاندارد ملی ایران به روش اشاره شده در مورد الف، بند ۷، استاندارد ملی شماره ۵ تهیه و تدوین شده، در یکصد و دوازدهمین اجلاس کمیته ملی استاندارد انرژی مورخ ۱۳۹۷/۱۲/۱۹ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

استانداردهای ملی ایران بر اساس استاندارد ملی ایران شماره ۵ (استانداردهای ملی ایران- ساختار و شیوه نگارش) تدوین می‌شوند. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در صورت لزوم تجدیدنظر خواهند شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح یا تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدیدنظر در کمیسیون‌های مربوطه، مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی ایران استفاده کرد.

این استاندارد ملی بر مبنای پذیرش استاندارد بین‌المللی زیر به روش «معادل یکسان» تهیه و تدوین شده و شامل ترجمه تخصصی کامل متن آن به زبان فارسی می‌باشد و معادل یکسان استاندارد بین‌المللی مزبور است:

ISO 16797: 2004, Nuclear energy — Soxhlet-mode chemical durability test — Application to vitrified matrixes for high-level radioactive waste

مقدمه

هر ماده‌ای که تحت تأثیر آب قرار گیرد، دستخوش تغییر می‌شود. آزمون‌های فروشویی^۱ متعددی به منظور اندازه‌گیری این تغییر ایجاد شده‌اند. یکی از این آزمون‌ها، آزمون سوکسله است که به طور معمول به منظور ارزیابی دوام شیمیایی شیشه‌های هسته‌ای مورد استفاده قرار می‌گیرد و هم اکنون نیز به صورت گسترده برای انواع دیگر شیشه‌ها، مواد به دست آمده از فرایندهای تثبیت شیشه‌ای (تبدیل به شیشه)، یا حتی دیگر جامدات غیرمتخلخل که به منظور پوشش ایمنی^۲ پسماندهای سمی غیرپرتوزا در نظر گرفته شده‌اند، کاربرد دارد. این آزمون یک آزمون کوتاه مدت است که به منظور دستیابی به ارزیابی سریع از دوام شیمیایی ماده در آب دیونیزه^۳ در دمای حدود ۱۰۰ °C طراحی شده است.

در محیطی ساکن بدون تجدید آب، غلظت ماده حل شده در محلول افزایش می‌یابد و پس از آن آهنگ تغییر، کم می‌شود. برعکس، در آب دیونیزه‌ای که به طور مداوم تجدید می‌شود یا در محیطی کمپلکس‌ساز که عناصر موجود در محلول را مصرف کرده و از اشباع شدن محلول جلوگیری می‌کند، بیشترین آهنگ تغییر مشاهده می‌شود.

این رویکرد مزایای متعددی دارد:

- مدت زمان آزمون کوتاه‌تر؛
- غلظت‌های بالاتر عناصر محلول در محفظه بخار (خیلی بالاتر از حدود آشکارسازی)؛
- ارزیابی دوام بالقوه ماده تحت شرایط حاد.

1- Leach tests
2- Containment
3- Deionized water

انرژی هسته‌ای – آزمون دوام شیمیایی به روش سوکسله – کاربرد ماتریس‌های شیشه‌ای برای پسماندهای با سطح پرتوزایی بالا

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، توصیف آزمون پارامتری به روش سوکسله به منظور ارزیابی دوام شیمیایی مواد با اندازه‌گیری آهنگ انحلال اولیه آن‌ها در آب خالص است. اندازه‌گیری در نقطه جوش آب، که آهنگ انحلال در این دما به طور قابل ملاحظه‌ای از دمای اتاق بالاتر است، انجام می‌شود. بنابراین، در بیشتر موارد، پدیده‌های تغییر به طور قابل ملاحظه‌ای تسریع می‌شوند.

آزمون توصیف‌شده در این استاندارد برای اندازه‌گیری آهنگ انحلال اولیه در نظر گرفته شده است. بنابراین این استاندارد فقط برای مواد نامتخلخل (یا موادی با تخلخل اندک و یا خلل و فرج بسته) کاربرد دارد که برای آن‌ها پدیده تغییر اولیه یک مکانیسم واکنش سطحی است (مکانیسم‌های نفوذ در انحلال محیط‌های متخلخل درگیر هستند). از این رو در صورتی که از اشتباهات جدی در تفسیر جلوگیری شود، نتایج آزمون تنها با یافته‌های به دست آمده برای مواد نامتخلخل می‌تواند مقایسه شود.

نتیجه «آهنگ انحلال اولیه در آب جوش خالص در فشار جو» می‌تواند برای مقایسه مواد از یک نوع (به‌عنوان مثال اکسیدها) استفاده شود، به شرط آن که انحلال اولیه آن‌ها از یک مکانیسم (به‌عنوان مثال واکنش‌های سطحی) تبعیت کند.

این آزمون پارامتری نمی‌تواند برای ارزیابی رفتار بلند مدت یک ماده استفاده شود زیرا عموماً نیازمند چندین آزمون، مدل‌سازی و صحنه‌گذاری، برای مثال آن‌طور که در استاندارد ENV 12920 توصیف شده است، می‌باشد.

آزمون توصیف‌شده در این استاندارد برای هر نوع شیشه، ماده شیشه‌ای شده (یعنی ماده حاصل از فرایند شیشه‌ای کردن) یا ماده اکسیدی نامتخلخل با ریخت‌شناسی^۱ که تهیه نمونه‌های آزمایشی^۲ یکپارچه با مساحت معلوم را امکان‌پذیر می‌سازد، کاربرد دارد. این آزمون، آهنگ انحلال اولیه ماده را در آب دیونیزه و در نقطه جوش (تقریباً ۱۰۰ °C) با آنالیز محلول فروشویی و اندازه‌گیری افت جرم آزمون^۳ تعیین می‌کند.

1- Morphology
2- Test coupons
3- Specimen

۲ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، اصطلاحات و تعاریف زیر به کار می‌روند:

۱-۲

تغییر

alteration

تغییر شیمیایی سطحی یک ماده ناشی از عوامل محیطی است.

۲-۲

تغییرپذیری

alterability

آمادگی برای تغییر است.

یادآوری- تغییرپذیری به خود ماده و محیط پیرامون آن بستگی دارد.

۳-۲

دوام

durability

قابلیت یک ماده است برای این که بتواند مدت زمان طولانی کیفیت و خواص اصلی خود را حفظ کند.

۴-۲

دوام شیمیایی

chemical durability

قابلیت مقاومت در برابر حمله شیمیایی است.

یادآوری- این مشخصه ممکن است یک خاصیت ذاتی ماده باشد در صورتی که محیط به نحو مطلوبی مشخص و پایدار باشد (به‌عنوان مثال دوام شیمیایی در آب خالص در دمای 100°C).

۵-۲

فروشویی

leaching

استخراج یک یا چند عنصر از عناصر سازنده یک جامد توسط یک حلال است. یادآوری- با گسترش معنایی، این اصطلاح عموماً به هر عملی که در آن آزمون تحت تأثیر یک حلال قرار می‌گیرد، اطلاق می‌شود.

۶-۲

انحلال

dissolution

پراکندگی یک ماده در محلول است.

۷-۲

خوردگی

corrosion

از بین رفتن تدریجی یا تخریب آهسته یک ماده یا سطح آن به واسطه یک اثر شیمیایی است.

۸-۲

جمله چشمه

source term

جریان گونه‌های شیمیایی منتقل شده از یک سطح معین تحت شرایط مشخص توسط سناریوی آزمون است.

۹-۲

رفتار بلند مدت

long term behavior

تحول «جمله چشمه» و خواص ماده در طی زمان، تا پایان سناریوی مربوط است.

یادآوری - بررسی رفتار بلند مدت، پیشرفت تغییر و رهاسازی عناصر (جمله چشمه) را در طی فاصله زمانی مشخص در بر می‌گیرد

۱۰-۲

سناریو

scenario

افق زمانی و فهرستی از عوامل (از جمله عوامل ریسک) است که بر شرایط دفع یا به‌کارگیری ماده، که به‌منظور ارزیابی رفتار بلند مدت آن مشخص شده است، تأثیر می‌گذارند.

۳ اصول آزمون

دمای آزمون، نقطه جوش آب است که به فشار جو و در نتیجه به ارتفاع آزمایشگاهی که آزمون در آن انجام می‌شود، بستگی دارد. تفاوت در دمای جوش بین دو آزمایشگاه که یکی در سطح دریا و دیگری در ارتفاع ۱۰۰۰ m از سطح دریا قرار دارد، در حدود 5°C است؛ این مسئله ممکن است اثر قابل ملاحظه‌ای بر نتایج آزمون داشته باشد (با ضریبی تقریباً برابر ۲ برای انرژی فعال‌سازی مکانیسم واکنش معادل $60 \text{ kJ} \cdot \text{mole}^{-1}$).

فشارجوی آزمایشگاه باید ثبت شود و باید با نتایج مقایسه‌ای به‌دست آمده توسط آزمایشگاه‌های دیگر در نظر گرفته شود: داده‌ها ممکن است برای محاسبه دمای جوش واقعی مورد استفاده قرار گیرند.

دبی^۱ آب بر روی نمونه آزمون توسط توان حرارتی تأمین‌شده برای آب توسط بویلر و نیز به‌وسیله بازده چگالنده جریان برگشتی^۲ تعیین می‌شود.

۴ واکنشگرها

۱-۴ آب

آزمون‌های تغییر باید با استفاده از آب با درجه خلوص بالا در تعادل با هوا [حداقل ۲ h به‌منظور حصول اطمینان از تثبیت غلظت کربن دی‌اکسید (CO_2)] انجام شوند.

۲-۴ نیتریک اسید غلیظ (HNO_3)

به‌منظور اسیدی کردن محلول قبل از انجام آنالیز

1- Flow rate
2- Reflux condenser

۵ دستگاه

۱-۵ دستگاه سوکسله

دستگاه تغییر سوکسله (به شکل ۱ مراجعه شود) از قسمت‌های زیر تشکیل شده است:

الف- یک بالن تقطیر از جنس فولاد زنگ‌نزن با حجم حداقل ۵۰۰ ml؛

ب- یک هیتر قابل تنظیم مناسب با اتلاف توان حرارتی کنترل شده؛

پ- ظرف قایقی شکل نمونه از نوع سرریزگن (به شکل ۱ مراجعه شود)؛ ممکن است در برخی موارد فراهم کردن جریان صعودی از محلول تغییر به منظور حصول اطمینان از تجدید رضایت‌بخش آن ارجحیت داشته باشد. مساحت سطح ظرف قایقی شکل نمونه نباید از ۵٪ مساحت سطح کل نمونه بیشتر باشد و باید شرایط بهینه جریان محلول در اطراف نمونه آزمایشی با حداقل ۵ mm فاصله بین نمونه آزمایشی و لبه‌های ظرف قایقی شکل یا سطح محلول را امکان‌پذیر سازد؛

پ- یک چگالنده از جنس فولاد زنگ‌نزن؛

ت- یک ماریپیج آبی^۱ برای بازگرداندن محلول به ظرف قایقی شکل نمونه.

الزامات زیر باید برآورده شوند.

الف- جریان محلول تغییر به ظرف قایقی شکل نمونه، که به وسیله تنظیمات هیتر بالن کنترل می‌شود، باید ثابت باشد (٪ ۱۰ ± سرعت جریان مشخص شده) و باید حداقل دو بار تجدید شدن در ساعت از حجم ظرف قایقی شکل نمونه را تأمین کند.

ب- طول ماریپیج آبی و طراحی ظرف قایقی شکل نمونه، هنگامی که در معرض بخار حاصل از محلول جوشان قرار می‌گیرند، باید این اطمینان را حاصل کند که دمای محلول در ظرف قایقی شکل در محدوده °C ۱ از نقطه جوش نگه‌داشته می‌شود.

پ- تمهیدات لازم برای اندازه‌گیری دما در ظرف قایقی شکل نمونه باید به عمل آید تا اطمینان حاصل شود که دما در محدوده °C ۱ ± از نقطه جوش آب است.

باید در مورد دستگاه‌های جدید و دستگاه‌هایی که قبلاً مورد استفاده قرار گرفته‌اند روش اجرایی شستشو، کاملاً پیاده‌سازی شود:

الف- به منظور جلوگیری از آلودگی بین آزمون‌ها یا هنگامی که دستگاه جدیدی برای اولین بار مورد استفاده قرار می‌گیرد؛

ب- به منظور بازیابی همه عناصری که در طول آزمون حل شده‌اند و بر روی دستگاه رسوب کرده یا بر جذب (جذب سطحی)^۱ شده‌اند؛ میزان انحلال باید به‌طور کامل تعیین شود.

۲-۵ ترازوی دقیق

به‌منظور اندازه‌گیری جرم محلول ($\pm 0.25\%$) و توزین آزمون‌ها قبل و بعد از انجام آزمون (حداکثر 0.1 mg \pm).

۳-۵ بالن‌ها، پیپت‌ها یا بورت‌های مدرج

برای اندازه‌گیری حجم محلول (درستی: $\pm 1\%$).

۴-۵ آنالیز محلول

صرف‌نظر از روش آنالیز، ممکن است درستی زیر لازم باشد:

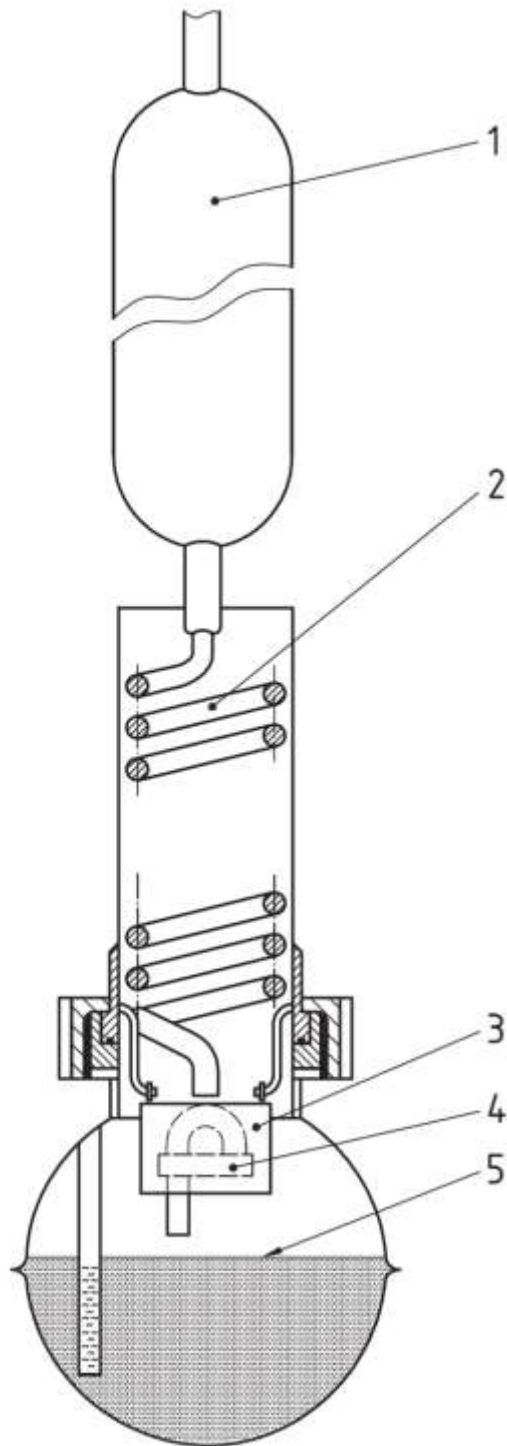
الف- 5% در مورد عناصر سازنده اصلی؛

ب- 10% تا 15% در مورد سایر عناصر.

چنین درستی برای عناصر یافت‌شده در محلول با غلظت‌هایی نزدیک به حد آشکارسازی قابل حصول نیست. بنابراین همواره نتایج آنالیز باید همراه با حدود آشکارسازی مرتبط بیان شوند.

۵-۵ اندازه‌گیری pH

pH باید در محدوده ± 0.1 واحد، اندازه‌گیری شود.



راهنما:

- 1 چگالنده
- 2 مارپیچ آب
- 3 ظرف قایقی شکل نمونه سوکسله
- 4 نمونه آزمایشی شیشه
- 5 سطح مایع فروشویی شده

شکل ۱- نمودار طرح‌واره دستگاه فروشویی سوکسله

۶ آماده سازی آزمون

آزمونه‌ها می‌توانند تک‌تک ساخته شوند یا از نمونه‌ای بزرگ‌تر بریده شوند. اگر نمونه‌ای به صورت چند نمونه آزمایشی بریده شود، در این صورت باید از به کار بردن چسب یا مواد دیگر به منظور ثابت نگه داشتن نمونه اجتناب کرد. اگر چنین کاربردی اجتناب‌ناپذیر باشد، سطوح نمونه‌های آزمایشی باید کاملاً تمیز باشند. اگر نمونه‌ای به صورت چند نمونه آزمایشی بریده شود، استفاده از آب به منظور خنک کاری تیغه برش باید اکیداً محدود شود.

آزمونه‌های بریده شده یا تک‌تک ساخته شده باید به گونه‌ای باشند که مساحت سطح هر وجه با بالاترین دقت قابل اندازه‌گیری باشد. بنابراین آزمونه‌هایی با سطوح صیقلی شده نسبت به آزمونه‌های با سطوح مشابه که فقط بریده شده‌اند، ارجحیت دارند به شرط آن که پرداخت براق، سطح را آلوده نسازد یا واکنش‌ها را تحت تأثیر قرار ندهد. از آن جاکه مقدار عناصر حل شده باید نسبت به مساحت سطح واکنشی بهنجار شود برای مقایسه کردن آزمونه‌های مختلف، تعیین درست مساحت سطح آزمونه ضروری است.

ابعاد آزمونه باید تعیین شود تا اطمینان حاصل شود که آزمونه همواره به‌طور کامل در محلول فروشویی موجود در ظرف قایقی شکل نمونه غوطه‌ور می‌شود.

به منظور حذف همه ذرات چسبیده یا آلودگی خارجی، آزمونه باید قبل از انجام آزمون به دقت شسته شود. تمیزکاری فراصوتی^۱ به مدت ۵ min در اتیل الکل مطلق توصیه می‌شود.

بعد از تمیزکاری، آزمونه فقط باید با پنس^۲ برداشته شود.

سپس آزمونه باید به مدت ۱ h در دمای 105°C نگهداری شده و اجازه داده شود قبل از توزین، سرد شود. همین چرخه گرم کردن/سرد کردن/توزین باید تکرار شود. اگر نتایج دو اندازه‌گیری جرم یکسان باشند (در محدوده ۰٫۱ mg)، می‌توان فرض کرد که آزمونه به‌طور صحیح خشک شده است و تا زمانی که برای استفاده مورد نیاز باشد باید در دمای اتاق در یک دسیکاتور نگهداری شود. اگر نتایج دو اندازه‌گیری جرم با یکدیگر اختلاف داشته باشند، آزمونه باید مجدداً به مدت ۱ h در دمای 105°C خشک شود. این چرخه تا زمانی که جرم آزمونه ثابت باقی بماند، باید تکرار شود.

سپس آزمونه باید مطابق بند ۷، مشخصه‌یابی شود.

۷ مشخصه‌یابی آزمونه

ترکیب شیمیایی عنصری آزمونه باید به درستی مشخص شود.

1- Ultrasonic
2- Clips

به منظور تعیین میزان ترک خوردگی و ترک خوردگی‌های ریز، میزان تخلخل، فازهای سازنده، غلظت و همگنی آن‌ها، هر جاکه امکان دارد، آزمون باید با استفاده از میکروسکوپ نوری یا میکروسکوپ الکترونی روبشی مشخصه‌یابی شود.

اگر قرار است نمونه آزمایشی برای مشخصه‌یابی دوام ماده‌ای که نمونه از آن بریده شده است، مورد استفاده قرار گیرد، آزمون باید نماینده آن ماده باشد. در مورد یک آزمون ناهمگن یا چندفازی، توزیع ناهمگنی یا فازها در آزمون باید نماینده نمونه اصلی باشد. علاوه بر این، در مورد مواد چندفازی، برخی فازها ممکن است به واسطه ناخالصی‌های زیاد آشکار شوند. به منظور حصول اطمینان از این که اندازه این ناخالصی‌ها نتایج به دست آمده برای یک آزمون معین را مخدوش نمی‌کند، ابعاد آزمون می‌تواند به گونه‌ای تعیین شود که بزرگترین بُعد هر رگه یا ناخالصی از نصف کوچکترین بُعد آزمون بیشتر نشود. علاوه بر این، مساحت سطح هر رگه یا ناخالصی معین نباید از ۱۰٪ مساحت سطح هندسی کل آزمون بیشتر شود.

۸ روش انجام آزمون

۸-۱ انجام آزمون بر روی نمونه‌های آزمایشی آماده شده

از روش اجرایی زیر باید پیروی شود:

- الف- حجم مشخصی از آب با درجه خلوص بالا (مطابق با زیربند ۴-۱) را در بویلر قرار دهید.
- ب- آزمون توزین شده را در ظرف قایقی شکل نمونه قرار دهید.
- پ- دستگاه سوکسله را سوار کنید (مطابق با زیربند ۵-۱)؛ سیستم خنک‌کننده چگالنده را راه‌اندازی کنید و توان حرارتی لازم را به منظور حصول اطمینان از تجدید دلخواه محلول اعمال کنید.
- ت- زمانی که سیستم گرمایشی دستگاه شروع به کار می‌کند مطابق با زمان آغاز آزمون است. زمان و تاریخ آغاز آزمون و همچنین فشار جو را ثبت کنید.
- ث- پس از مدت زمان تعیین شده آزمون، زمان و تاریخ پایان آزمون و همچنین فشار جو را ثبت کنید.
- ج- آزمون را بردارید. چگالنده را از بویلر جدا کنید، گردن بویلر را ببندید و اجازه دهید تا دستگاه خنک شود. آزمون را در دمای 105°C خشک کنید تا جرم آن ثابت باقی بماند. جرم را یادداشت کنید.
- چ- بخشی از نمونه محلول در درون ظرف قایقی شکل نمونه را بردارید (اختیاری)؛ محلول را از ظرف قایقی شکل نمونه به درون بویلر بریزید.
- ح- بعد از سرد شدن نمونه در دمای اتاق، pH محلول را اندازه‌گیری و ثبت کنید؛ دما را ثبت کنید.
- خ- اسیدیته محلول در داخل بویلر را با استفاده از نیتریک اسید غلیظ (مطابق با زیربند ۴-۲) تا میزان ۱ N تنظیم کنید. محلول را هم بزنیید و بگذارید تا ۱۲ h ساکن باقی بماند، سپس بررسی کنید

که بویلر حاوی هیچ‌گونه فاز جامدی (رسوبات) نباشد. برای اطمینان از این وضعیت، در صورت نیاز، محلول را اسیدی ساخته یا رقیق کنید. برای هر نوع ماده و برای هر تغییر تأثیرگذار بر دستگاه آزمون، به منظور حصول اطمینان از این که این روش اجرایی کفایت می‌کند، باید یک آزمون شاهد (به ردیف ر مراجعه شود) انجام گیرد.

د- حجم محلول در داخل بویلر را اندازه‌گیری کنید. اگر اتلاف حجم محلول فروشویی بیش‌تر از ۱۰٪ حجم اولیه باشد، آزمون باید تکرار شود.

ذ- حجم کافی از محلول را برای آنالیز بردارید. آنالیز را مطابق با روش اجرایی تضمین کیفیت داخلی انجام دهید.

ر- خصوصیات دستگاه سوکسله را با انجام آزمون شاهد، یعنی بدون ماده آزمون، به مدت ۲۴ h بررسی کنید. بعد از این آزمون، pH محلول (که باید در محدوده ۰٫۵ واحد از pH اولیه باشد) را اندازه‌گیری کرده و محلول را آنالیز کنید (میزان غلظت‌های «زمینه» اندازه‌گیری شده نباید از ۱۰٪ مقادیر تعیین‌شده در طی انجام آزمون واقعی بیشتر باشد).

۸-۲ اندازه‌گیری‌ها

اندازه‌گیری‌های زیر باید در طی هر آزمون انجام گیرند:

الف- pH محلول در پایان آزمون، بعد از خنک‌کردن تا دمای اتاق؛

ب- آنالیز محلول در ظرف قایقی شکل نمونه (اختیاری)؛

پ- آنالیز محلول در بویلر بعد از اسیدی کردن؛

ت- افت جرم آزمون.

۸-۳ چارچوب تجربی برای تعیین آهنگ تغییر اولیه در آب خالص در دمای جوش

آهنگ تغییر باید در چهار یا پنج بازه زمانی درگستره از ۱ روز تا ۲۸ روز (به‌عنوان مثال ۱ روز، ۳ روز، ۷ روز، ۱۰ روز و ۱۴ روز) اندازه‌گیری شود. به منظور به‌دست آوردن آهنگ تغییر اولیه، حداقل سه مورد از این بازه‌های زمانی باید مشخص شوند (به بند ۹ مراجعه شود). مدت زمان‌های آزمون ۱ روز و ۲۸ روز صرفاً شاخص هستند و ممکن است برای ترکیبات شیشه‌ای یا محصولات شیشه‌ای شده که بسیار محلول یا خیلی بادوام هستند، تغییر کنند. هدف از این کار به‌دست آوردن غلظت‌های قابل‌سنجش عناصر در محلول برای اولین بازه زمانی آزمون و محدود کردن انحلال آزمون تا حداکثر ۱۰٪ از جرم اولیه بعد از آخرین بازه زمانی آزمون است.

۴-۸ آهنگ تجدید محلول در ظرف قایقی شکل نمونه

در اندازه‌گیری «آهنگ انحلال اولیه یک ماده در آب جوش خالص»، بسیار مهم است تا از غلظت‌های بیش از حد بالای عناصر حل شده حاصل از آزمون در ظرف قایقی شکل نمونه اجتناب شود. در غلظت‌های بالا ممکن است مشاهده شود که آهنگ تغییر بین تجدیدهای محلول در نتیجه افت تمایل به انحلال ماده، کاهش می‌یابد. بنابراین توصیه می‌شود با تقسیم غلظت‌های اندازه‌گیری شده در ظرف قایقی شکل نمونه در طی اولین آزمون بر تعداد تجدیدهای محلول، اطمینان حاصل شود که چنین امکانی وجود ندارد. اگر چنین ریسکی وجود داشته باشد، آهنگ تجدید محلول در ظرف قایقی شکل نمونه باید افزایش یابد یا نسبت مساحت سطح آزمون به حجم محلول در قایق نمونه باید کاهش یابد (به‌عنوان مثال با کاهش مساحت سطح آزمون).

آهنگ تجدید محلول (یا دبی محلول فروشویی) حداقل باید در هر زمانی که پیکربندی آزمایش تغییر می‌یابد (دستگاه آزمون، شرایط محیطی، سیستم گرمایش، عایق حرارتی، و غیره) اندازه‌گیری شود.

۹ بیان نتایج

۹-۱ افت جرم آزمون

افت جرم نرمال، NML^۱، نسبت افت جرم آزمون در طی آزمون به مساحت سطح هندسی اولیه آن می‌باشد. نتیجه معمولاً بر حسب گرم بر سانتی‌متر مربع (gr/cm^2) یا گرم بر متر مربع (gr/m^2) بیان می‌شود که دوام کلی ماده را به‌صورت کمی بیان می‌کند. با این حال، از آن‌جا که ممکن است یک لایه نازک تغییر، شامل عناصری که رسوب می‌کنند یا عناصری که درگیر فرایند تغییر نیستند (شبهه باقیمانده)، روی سطح آزمون ایجاد شود، افت جرم نرمال با کل جرم تغییر یافته شیشه مطابقت ندارد.

$$\text{NML} = \frac{m_i - m_f}{A} \quad (1)$$

که در آن:

m_i جرم اولیه آزمون است؛

m_f جرم نهایی آزمون است؛

A مساحت سطح هندسی اولیه آزمون است.

1- Normalized mass loss

از افت جرم نرمال محاسبه شده در بازه زمانی پایانی، آهنگ میانگین، v_m محاسبه می‌شود به طوری که:

$$v_m = \frac{NML}{\Delta t} \quad (2)$$

که در آن:

Δt مدت زمان آزمون بر حسب روز است؛

v_m معمولاً بر حسب گرم بر سانتی‌متر مربع بر روز یا گرم بر متر مربع بر روز، بیان می‌شود.

۹-۲ آنالیز محلول فروشویی در بویلر

افت جرم نرمال برای عنصر i ، $NML(i)$ ، مقداری از شیشه است که باید به منظور دستیابی به غلظت عنصر i که در عمل به ازای سطحی معین در محلول اندازه‌گیری می‌شود، حل شود. این مقدار به منظور ارزیابی دوام ماتریس شیشه (با فرض این که عنصر i ، عنصری متحرک است) و خواص پوشش ایمنی ماده نسبت به عناصری با تحرک کمتر [با مقایسه مقادیر مختلف $NML(i)$] مورد استفاده قرار می‌گیرد. این مقدار طبق فرمول (۳) تعیین می‌شود:

$$NML(i) = \frac{c_i \cdot V}{w_i \cdot A} \quad (3)$$

که در آن:

c_i غلظت عنصر i در محلول؛

V حجم محلول؛

w_i درصد جرمی عنصر i در شیشه؛

A مساحت سطح هندسی اولیه آزمون.

نتیجه معمولاً بر حسب گرم بر سانتی‌متر مربع یا گرم بر متر مربع بیان می‌شود.

چهار عنصر جداگانه در آزمون را در نظر بگیرید: یک عنصر محلول، A ، که در محصولات انحلال وارد نمی‌شود (در این جا به عنوان «عنصر متحرک» اشاره شده است)؛ عنصر متحرک دیگر B ؛ عنصر سوم C ، که تا اندازه‌ای نگه‌داشته می‌شود، و عنصر D که در محصولات انحلال به طور کامل نگه‌داشته می‌شود. بنابراین:

$$NML(A) = NML(B) \quad (4)$$

$$NML(B) > NML(C) \quad (5)$$

$$NML (C) > NML (D) \quad (۶)$$

$$NML (D) = 0 \text{ g} \cdot \text{m}^{-2} \quad (۷)$$

در این مثال، $NML (A)$ و $NML (B)$ هر دو، تغییر کلی آزمون را بیان می‌کنند. به‌منظور حصول اطمینان از این که $NML (A)$ و $NML (B)$ درحقیقت نشان‌دهنده آهنگ تغییر اولیه هستند، بررسی عدم ورود عناصر A و B در لایه نازک تغییر یا لایه ژله‌ای در سطح آزمون یا در رسوباتی که به هنگام اسیدی ساختن محلول حل نشده‌اند، ضروری است.

برای یک عنصر معین i ، در طی بازه زمانی که در آن c_i و $NML (i)$ به‌صورت خطی تغییر می‌کنند، آهنگ خوردگی اولیه ماده در دمای جوش $v_0 (i)$ می‌تواند طبق فرمول (۸) محاسبه شود:

$$v_0 (i) = \frac{dNML(i)}{dt} \quad (۸)$$

که در آن $dNML (i)$ تغییرات $NML (i)$ در طی زمان dt است.

آهنگ خوردگی اولیه به‌وسیله رگرسیون خطی از افت‌های جرم نرمال عناصر برای عناصر بسیار متحرک، یعنی مواردی با بالاترین مقادیر $NML (i)$ ، محاسبه می‌شود.

به‌طور ایده‌آل، هنگامی که پنج مقدار افت جرم نرمال محاسبه‌شده برای عنصری معین، که از انجام پنج آزمون سوکسله بر روی یک نمونه ماده حاصل می‌شوند، به‌صورت تابعی از زمان رسم می‌شوند نقاط باید در امتداد یک خط راست قرار گیرند. در واقع، ممکن است این نقاط در عمل به دلایل مختلف در امتداد یک خط قرار نگیرند:

الف- اگر پرداخت سطح آزمون مانع از واکنش تغییر شده یا آن را کاتالیز کند، در این‌صورت ممکن است نقطه اول از خط راست منحرف شود (تنها بعد از این که چند میکرومتر از سطح ماده حل شد، فرایند تثبیت می‌شود)؛

ب- هنگامی که یک لایه نازک تغییر روی سطح آزمون ظاهر می‌شود و سدی در برابر نفوذ ایجاد می‌کند، ممکن است آخرین نقطه یا نقاط دیگر در زیر خط مستقیم نظری قرار گیرند.

این نقاط منحرف نباید در محاسبه $v_0 (i)$ مورد استفاده قرار گیرند. هرچند، حداقل سه نقطه مورد نیاز است. روی شیب خط مستقیمی که حداقل این سه نقطه را به یکدیگر متصل می‌کند، باید ضریب همبستگی^۱ نیز نشان داده شود.

برای تعیین آهنگ تغییر اولیه ماده در موارد زیر، یک یا چند آزمون سوکسله بیشتر نیز ضروری خواهد بود:

1- Correlation coefficient

- هنگامی که سه نقطه روی خط مستقیم بر روی منحنی $c_i = f(t)$ به دست نیامده باشند.
- هنگامی که $\nu_M < 0,95 \nu_0$ است، یعنی هنگامی که آهنگ اولیه به دست آمده کمتر از ۹۵٪ آهنگ میانگین محاسبه شده از افت جرم است. اگر $\nu_M < 0,95 \nu_0$ باشد، به این معنی است که عنصر i به درستی تعیین نشده است و این که عنصر رسوب کرده است و مجدداً حل نشده است یا این که عنصری با تحرک بیشتر از عنصر i در محلول تعیین نشده است. تحت چنین شرایطی، ν_0 کمتر برآورد می‌شود.
- هنگامی که غلظت c_{0i} (که در آن t_i ، عنصر مورد استفاده برای اندازه‌گیری ν_0 است) محاسبه شده از عرض از مبدا -Y منحنی $c_i = f(t)$ از ۰,۲ برابر تفاوت Δc_i میان غلظت‌های اولیه و نهایی i بیشتر باشد: یعنی $c_{0i} > 0,2 \Delta c_i$. این بدین معنی است که شرایط عملیاتی با فاز آهنگ اولیه انحلال ماده مطابقت ندارد. در این حالت، آزمون باید با بازه‌های زمانی نمونه‌برداری کمتر، تکرار شود.

۱۰ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حاوی اطلاعات زیر باشد:

الف - مشخصات آزمون

- ۱- توصیف آزمون؛
- ۲- نمایندگی نمونه؛
- ۳- پرداخت سطح آزمون و مساحت سطح واکنش‌پذیر برآورد شده (و ضریب خطا)؛
- ۴- ترکیب عنصری (و ضریب خطا)؛
- ۵- همگنی؛
- ۶- جرم آزمون.

ب - شرایط آزمون

- ۱- توصیف تجهیزات آزمون:
 - روش تجدید محلول در ظرف قایقی شکل نمونه؛
 - آهنگ تجدید محلول؛
 - دمای محلول در ظرف قایقی شکل نمونه؛
- ۲- فشار جو در آغاز آزمون و دمای آزمون؛
- ۳- مدت زمان آزمون؛

۴- حجم اولیه محلول؛

۵- حجم محلول بازیابی شده بعد از انجام آزمون؛

۶- ترکیب محلول زمینه آزمون شاهد.

پ- نتایج

۱- افت جرم آزمون؛

۲- pH در پایان آزمون؛

۳- نتایج آنالیز محلول؛

۴- آهنگ میانگین v_m ؛

۵- آهنگ تغییر اولیه (با ضریب خطا، تعداد نقاط داده‌های مورد استفاده، ضریب همبستگی، نسبت v_0/v_m و نسبت $C_{0,i}/\Delta C_i$).

کتابنامه

- [1] ASTM C1220-98, Standard test method for static leaching of monolithic waste forms for disposal of radioactive waste
- [2] ASTM C1285-97, Standard test methods for determining chemical durability of nuclear, hazardous, and mixed waste glasses: The Product Consistency Test (PCT)
- [3] ENV 12920:1997, Characterization of waste — Methodology for the determination of the leaching behaviour of waste under specified conditions