CBMF

中国建筑材料联合会 发布

202X-XX-XX实施

202X-XX-XX发布

高放废液玻璃固化体

第4部分：抗浸出性分析方法

**High level waste glass -Part 4：Analysis method for leaching resistance**

（征求意见稿）

2024.3

T/CBMF XXX—20XX

中国建筑材料协会标准

ICS 13.030.30

CCS F 40

目 次

[前言 I](#_Toc161232833)

[1 范围 1](#_Toc161232834)

[2 规范性引用文件 1](#_Toc161232835)

[3 术语和定义 1](#_Toc161232836)

[4 仪器设备 2](#_Toc161232837)

[5 试验步骤 2](#_Toc161232838)

[6 结果计算 3](#_Toc161232839)

[7 结果表示 4](#_Toc161232840)

[8 试验报告 4](#_Toc161232841)

[附录 A（规范性）聚四氟乙烯（PTFE）容器预处理 5](#_Toc161232842)

前  言

本文件按照 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国建筑材料联合会提出并归口。

本文件负责起草单位：中国建筑材料科学研究总院有限公司、中国国检测试控股集团股份有限公司

本文件参加起草单位：

本文件主要起草人：

本文件主要审查人：

高放废液玻璃固化体 第4部分：抗浸出性分析方法

**警告——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采用适当的安全和健康措施，并符合相关标准规定。**

1 范围

本文件规定了高放废液玻璃固化体抗浸出性分析的术语和定义、仪器设备、试验步骤、结果计算、结果表示和试验报告。

本文件适用于模拟高放废液玻璃固化体抗浸出性能的测试。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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/T 5750.4 生活饮用水标准检验方法 第4部分：感官性状和物理指标

GB/T 5750.5 生活饮用水标准检验方法 第5部分：无机非金属指标

GB/T 5750.6 生活饮用水标准检验方法 第6部分：金属和类金属指标

GB/T 39486 化学试剂 电感耦合等离子体质谱分析方法通则

T/CBMF XXX 高放废液玻璃固化体 第1部分：化学成分分析方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

高放废液玻璃固化体 high level waste glass

用玻璃作为固化基质把高放废液固结制成的性能稳定的废物体。

3.2

抗浸出性 leaching resistance

高放废液玻璃固化体材料能够抵抗溶液侵蚀的能力。

4 仪器设备

4.1 电热鼓风干燥箱：可控制温度（105～110）℃，控温精度±3℃。

4.2 聚四氟乙烯（PTFE）容器：保证空白PTFE容器的pH值在5.0~7.0之间，F-浓度<0.5µg/mL。PTFE的清洗过程见附录A。

4.3 电子天平：精度0.01g，精度0.1mg。

4.4 游标卡尺：最小分度值为0.02mm。

4.5 电感耦合等离子体原子发射光谱仪（ICP-OES）：该设备应定期检定。

4.6 电感耦合等离子体质谱仪（ICP-MS）：该设备应定期检定。

4.7 线切割机**：**精度0.01 mm。

5 试验步骤

5.1 玻璃固化体中化学成分测定

玻璃固化体化学成分按照T/CBMF XXX 中的规定进行测定。

5.2 抗浸出性试验

5.2.1 试样制备

要求样品无崩边、双面抛光，尺寸大小为（16±0.10）mm×（13±0.10）mm×（1±0.10）mm，数量大于等于3片。

在线切割机上设置切割参数，将待切割样品放置于切割机工作台上，固定样品，进行切割操作。再采用砂纸对切割后的样品进行双面抛光以保证样品表面的光洁度。

5.2.2 试样前处理

将试样置于去离子水、无水乙醇中分别超声清洗5min，重复3次之后将试样置于电热鼓风干燥箱中干燥，取出后备用。

5.2.3 分析步骤

5.2.3.1 准确称量试样质量，精确至0.1mg。

5.2.3.2 准确测量试样的长、宽、高，精确至0.02mm，计算其表面积S。

5.2.3.3 利用公式（1），计算加入的去离子水体积V。

····················(1)

式中:

——样品表面积，单位为平方米（m2）；

——去离子水体积，单位为升（L）；

5.2.3.4 将支架和试样放入清洗干净的PTFE容器中，加入体积为V的去离子水，轻轻敲击PTFE容器，去除气泡，拧紧盖子，称量其初始质量。

5.2.3.5 将PTFE容器置于（90±1）℃电热鼓风干燥箱中进行静态浸泡，开始计时。在放入1h和24h时，检查容器状态并再次拧紧PTFE容器。

5.2.3.6 在（3~5）d中的任意一天，将PTFE容器从电热鼓风干燥箱中取中，记录质量变化。如果PTFE容器的质量是在初始质量的90%以上，则继续试验；如果PTFE容器的质量下降到初始质量的85%~90%，则终止测试，试验结果可用于该浸泡时间下归一化元素浸出率的定量分析；如果PTFE容器的质量下降到初始质量的85%以下，则试验失败。

5.2.3.7 在经过28d的静态浸泡后，从电热鼓风干燥箱中取出PTFE容器，冷却至室温。

5.2.3.8 打开PTFE容器，取出试样并清洗，在去离子水中轻轻冲洗试样约5s，之后将试样放入电热鼓风干燥箱中干燥至恒重(精确至0.5mg)，记录质量。

5.2.3.9 将PTFE容器中的浸泡液取出，按照GB/T 5750.6和GB/T 39486中的规定测定Si、B、Na、Cs、La等元素的浓度。

6 结果计算

按公式（2）、公式（3）计算单位表面积总失重（*NL*）和归一化元素浸出率（）：

····················(2)

···················· (3)

式中:

*NL*——单位表面积总失重，单位为克每平方米（g/m2）；

——试样浸泡前后的质量损失，单位为克（g）；

——样品表面积，单位为平方米（m2）；

——试样浸泡之前的质量，单位为克（g）；

——试样浸泡后的质量，单位为克（g）；

——归一化元素浸出率，单位为克每平方米每天[g/(m2·d)]；

——被测某元素浓度，单位为克每升（g/L）；

——去离子水体积，单位为升（L）；

——玻璃中某元素含量，单位%；

——浸泡时间，单位为天（d）。

7 结果表示

试验结果取所有测试结果的平均值，报出的结果应注明浸泡时间，如XX g/(m2·d)（28 d）、XX g/m2（28 d）。

8 试验报告

试验报告应至少应包括以下内容：

a）委托单位；

b）试样名称；

c）检测依据：本文件编号；

d）检测结果（注明静态浸泡时间）；

e）与本方法的差异（如有）；

f）在试验中观察到的异常现象（如有）；

g）试验日期。

附录 A

（规范性）

聚四氟乙烯（PTFE）容器预处理

A.1.试验前清洗

A.1.1新PTFE容器清洗

A.1.1.1将PTFE容器和支架于（200±10）℃的电热鼓风干燥箱中加热7d之后冷却至室温，在室温下用去离子水冲洗PTFE容器和支架，至少重复清洗3次。

A.1.1.2向PTFE容器中注入5wt%的氢氧化钠溶液至总容积的约90%处，并拧紧盖子。当PTFE容器额定压力大于等于0.5MPa时，将其置于预热至（110±10）℃的烘箱中；当PTFE容器额定压力小于0.5MPa时，将其置于预热至（95±5）℃的电热鼓风干燥箱中。

A.1.1.3在烘箱中放置(12~24) h后，重新拧紧PTFE容器。在烘箱中放置7d后，取出PTFE容器并冷却至室温，之后取下盖子，将5wt%的氢氧化钠溶液倒入废液桶中。

A.1.1.4最后用去离子水冲洗PTFE容器和盖子两次。

A.1.1.5将PTFE容器和盖子放入去离子水中煮沸至少1h。

A.1.1.6 取出PTFE容器和盖子并将去离子水倒出。

A.1.1.7重复步骤A.1.1.1~ A.1.1.6一次。

A.1.1.8将PTFE容器和盖子在（90±10）℃的电热鼓风干燥箱中干燥至少16h。待容器和盖子降至室温，将PTFE容器注满约90%的去离子水，随后拧紧盖子，将PTFE容器放入（90±10）℃的电热鼓风干燥箱中至少16h。

A.1.1.9取出PTFE容器，冷却至室温。

A.1.1.10 从每个PTFE容器中取出等量的液体，按照GB/T 5750.4的规定测试溶液pH。

A.1.1.11如果pH值在5.0~7.0之间，取等量液体，按照GB/T 5750.5的规定测试溶液F-浓度；如果pH值低于5，重复步骤A.1.1.4~ A.1.1.10直至pH值高于5；如果pH值高于7，重复步骤A.1.1.4~ A.1.1.9。

A.1.1.12如果F-浓度小于0.5µg/mL，则可以使用PTFE容器；如果F-浓度大于0.5µg/mL，重复步骤A.1.1.4~ A.1.1.11；若步骤A.1.1.4~ A.1.1.11重复两次后，F-浓度仍为大于0.5µg/mL，则重复步骤A.1.1.1~ A.1.1.11。

A.1.2 旧PTFE容器清洗

A.1.2.1用去离子水冲洗PTFE容器、盖子和支架，重复清洗至少3次。

A.1.2.2将1wt%HNO3注入PTFE容器中，密封，并将其放入（90±10）℃的电热鼓风干燥箱中1h，之后取出PTFE容器和支架，将HNO3溶液倒入废液桶中。

A.1.2.3按照步骤A.1.2.1再次清洗PTFE容器和支架。

A.1.2.4将去离子水注入PTFE容器中，密封并将其放入（90±10）℃的电热鼓风干燥箱中1h，降至室温后取出PTFE容器和支架并干燥。

A.1.2.5将去离子水（去离子水体积占PTFE容器90%）注入PTFE容器中，密封盖子，在（90±10）℃的电热鼓风干燥箱中保持至少16h，然后按照GB/T 5750.4的规定测试每个PTFE容器中水的pH值。

A.1.2.6从每批次的PTFE容器中至少两个容器中取出等量的水，按照GB/T 5750.5的规定测试溶液中F-浓度。

A.1.2.7重复步骤A.1.2.3~ A.1.2.6，直到pH值在5.0~7.0范围内，F-浓度小于0.5µg/mL。

A.1.2.8如果重复3次步骤A.1.2.3~ A.1.2.6后仍不能达到pH和F-浓度要求，则重复从步骤A.1.2.1开始清洗。

A.1.2.9将PTFE容器和盖子放入（90±10）°C的电热鼓风干燥箱中至少16h，并将其密封储存在干净的环境中，备用。

A.2试验后清洗

A.2.1 试验后的容器清洗

A.2.1.1使用去离子水冲洗PTFE容器和支架，重复清洗3次，清洗后将支架放入PTFE容器中并干燥。

A.2.1.2在PTFE容器中加入1wt%的硝酸溶液，该溶液的量等于试验中使用的浸泡剂的量加上约3毫升，以浸没试验期间浸泡剂接触过的表面，溶液体积不得超过容器总体积的90%。盖上盖子，并更换封闭夹具(如有必要)。

A.2.1.3将密封PTFE容器放入90℃的电热鼓风干燥箱中（12~24）h，将PTFE容器从电热鼓风干燥箱中取出，冷却至室温，将硝酸溶液倒入废液桶中，用去离子水冲洗容器和支架，干燥后备用。