

T/GRM

中关村绿色矿山产业联盟团体标准

T/GRM XX—2023

## 半水磷石膏基膏体充填技术规范

Tenical specification for the hemihydrate phosphogypsum base paste filling

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

中关村绿色矿山产业联盟 发布

Q/LB. XXXXX-XXXX

## 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。

本文件由中关村绿色矿山产业联盟提出并归口。

本文件起草单位：贵州福麟矿业有限公司、贵州川恒化工股份有限公司、北京科技大学、贵州黔源地质勘查设计有限公司、瓮安县天一矿业有限公司、贵州恒昌新能源材料有限公司、金正大诺泰尔化学有限公司、贵州鑫光矿业有限公司

本文件主要起草人：李子军、吴立波、王佳才、李剑秋、黄同伟、彭世刚、任少峰



# 半水磷石膏基膏体充填技术规范

## 1 范围

本文件规定了半水磷石膏基膏体充填的充填材料、工艺流程、充填质量、环境保护和检测方法。本文件适用于半水磷石膏基膏体充填。

## 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 1346 水泥标准稠度用水量、凝结时间、安定性检验方法
- GB 3838 地表水环境质量标准
- GB 5086 固体废物浸出毒性浸出方法
- GB 8978 污水综合排放标准
- GB/T 14848 地下水质量标准
- GB 18599 一般工业固体废物贮存，处置场污染控制标准
- GB/T 23456 磷石膏
- GB/T 39489 全尾砂膏体充填技术规范
- GB/T 50080 普通混凝土拌合物性能试验方法标准
- GB/T 50123 土工试验方法标准
- GB 50771 有色金属采矿设计规范
- JGJ/T 70 建筑砂浆基本性能试验方法标准
- HJ/T 91 地表水和污水监测技术规范
- SL 219 水环境监测规范

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1 磷石膏基胶凝材料

#### 3.1.1 半水磷石膏粉

以磷矿石为原料，采用半水湿法磷酸工艺或二水-半水湿法磷酸工艺制取磷酸时所得的半水磷石膏，经预处理、烘干烧等工序改性后制备的石膏粉。

#### 3.1.2 半水磷石膏

以磷矿石为原料，采用半水湿法磷酸工艺或二水-半水湿法磷酸工艺制取磷酸时所得的半水磷石膏。

#### 3.1.3 半水磷石膏基复合胶凝材料

以半水磷石膏为主要原料与矿渣、磷渣等活性掺料按一定配比制备的具有良好强度及耐水性的胶凝材料。

### 3.2 充填集料

不具备胶凝特性，仅作为填料的磷石膏、尾砂、石膏基粗骨料、剥采废石等。

### 3.3 碱性激发剂

生石灰、水泥、电石渣等碱性材料。

### 3.4 料浆浓度

固体质量占固体与液体质量之和的百分比，按下式表示：

$$C_m = \frac{m_s}{m_s + m_w} \times 100\%$$

式中：

$C_m$ ——质量浓度；

$m_s$ ——固体质量，单位为千克（kg）；

$m_w$ ——液体质量，单位为千克（kg）。

### 3.5 料浆凝结时间

充填物料加水拌和起至膏体完全失去塑性并开始产生强度需要的时间。

### 3.6 单轴抗压强度

充填体在单向受压至破坏时，单位面积上承受的荷载。

### 3.7 磷石膏基膏体

以石膏胶凝材料配以其他充填骨料，并与水混合而成膏状的不分层、不沉淀、略泌水的非牛顿结构流体。

### 3.8 膏体充填

在泵送等外力或自重作用下，将膏体充填料浆输送到空区充填的过程。

### 3.9 引流水

空区充填前用于清洗管道，起到牵引膏体和降低输送阻力的生产用水。

### 3.10 洗管水

空区充填完毕用于清理管道遗留充填料浆和杂物的生产用水。

### 3.11 充填挡墙

使膏体料浆密闭在指定充填区域内构筑的墙体或密封体。

### 3.12 充填倍线

充填管路总长度与充填管路起止口的垂直高差之比，按下式表示：

$$N = \frac{L}{H}$$

式中：

N——充填倍线；

L——充填管路总长度，单位为米（m）；

H——充填管路起止口的垂直高差，单位为米（m）。

### 3.13 临界流速

固体颗粒由悬浮状态转为在床面滚动或滑动时的流速，又称临界不淤积流速。

### 3.14 充填接顶率

充填体接触顶板的面积与整个顶板面积之比。

### 3.15 充填能力

每小时输送至井下采空区的料浆方量。

### 3.16 采场充填体

充填料充入采场等地下空区形成的充填体。

### 3.17 线缩率

养护时间为0天时充填体高度减去养护时间为28天时高度后，再除以养护时间为0天时充填体高度得的值，按下式表示：

$$\gamma = \frac{h_0 - h_{28}}{h_0}$$

式中：

$\gamma$ ——线缩率；

$h_0$ ——养护时间为0天时充填体高度，单位为毫米（mm）；

$h_{28}$ ——养护时间为28天时充填体高度，单位为毫米（mm）。

## 4 充填材料

### 4.1 材料组成

#### 4.1.1 充填材料

充填材料宜由石膏基胶凝材料、充填集料、碱性激发剂、外加剂及拌合水组成。

#### 4.1.2 充填粗骨料

充填粗骨料可根据矿山情况选择，宜采用粒度5mm~30mm的碎石或其他固体废弃物，添加比例不宜超过磷石膏的120%。

#### 4.1.3 碱性激发剂

碱性激发剂应根据实际需求适量添加。

### 4.2 材料存储

#### 4.2.1 充填胶凝材料

充填胶凝材料存储应满足下列要求：

a) 半水磷石膏宜采用封闭/半封闭的堆场或料仓短期存储；

b) 半水磷石膏粉及半水磷石膏基复合胶凝材料宜采用立式或卧式粉料仓存储，应密封存储。

#### 4.2.2 充填集料

充填集料宜采用封闭/半封闭的堆场或料仓短期存储。

#### 4.2.3 粉状添加材料

碱性激发剂应采用粉料仓存储，外添加剂应采用专用桶或罐存储。

#### 4.2.4 拌合水

拌合水宜由高位水池存储。

### 5 工艺流程

#### 5.1 典型工艺流程

半水磷石膏基膏体充填典型工艺流程见图 1。

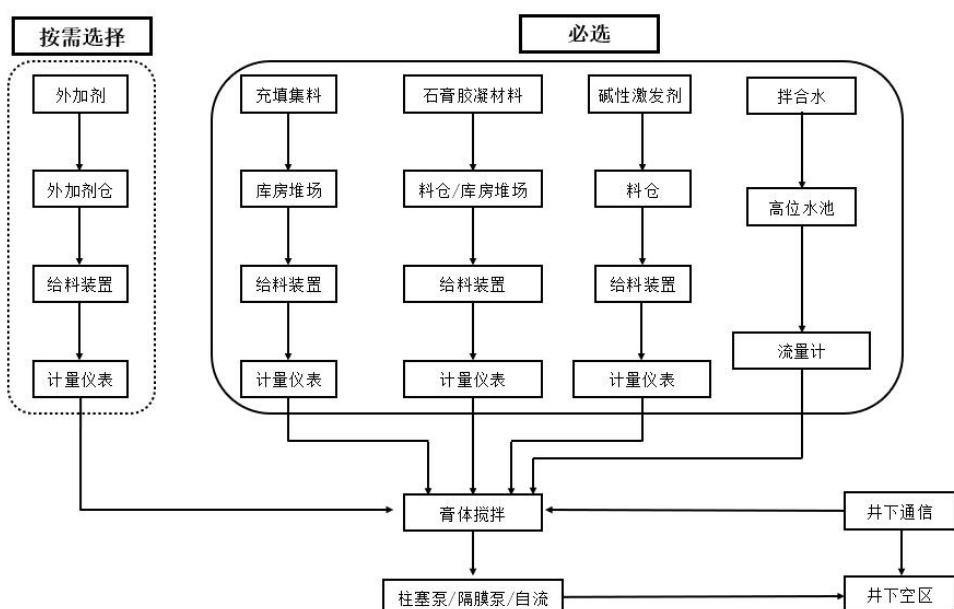


图 1 半水磷石膏基膏体充填典型工艺流程图

#### 5.2 膏体料浆搅拌制备

- 1) 胶凝材料、充填集料、水及外添加剂应按配比送入搅拌机中均匀混合。
- 2) 输送至搅拌槽的物料应定量控制，搅拌机料位应高于搅拌叶片的 1/2 处。
- 3) 膏体料浆浓度超出设计最大值的 1% 或少于设计最小值的 2% 时，应及时调整浓度范围。
- 4) 料浆应通过安装磁吸装置网格尺寸 30mm 的滚筒筛系统，将大颗粒及铁属性杂物筛除。
- 5) 膏体搅拌宜采用两端连续搅拌流程，宜采用卧式-卧式联合搅拌，或卧式-立式联合搅拌。

#### 5.3 膏体料浆管道输送

##### 5.3.1 充填料浆管道输送应符合下列规定：

- 1) 充填料浆垂直管道的重力势能应按下式计算：

$$W_p = \rho g H$$

式中：

$W_p$ ——垂直管道料浆的重力势能 (Pa);

$\rho$ ——充填料浆密度 ( $\text{kg}/\text{m}^3$ );

$g$ ——重力加速度 ( $\text{m}/\text{s}^2$ );

$H$ ——垂直管道高度 (m)。

2) 管道输送阻力损失应按下式计算：

$$h_p = \delta i_p L$$

式中：

$h_p$ ——管道输送阻力损失 (kPa);

$\delta$ ——局部阻力系数，宜取  $1.05 \sim 1.15$ ;

$i_p$ ——单位长度管道的沿程阻力损失 ( $\text{kPa}/\text{m}$ );

$L$ ——管道总长度 (m)。

3) 当充填料浆系统重力势能大于系统阻力损失 1.2 倍时，宜采用自流输送；反之，膏体充填料浆宜采用泵压输送。

4) 膏体充填料浆管道输送流速宜为  $1\text{m}/\text{s} \sim 2\text{m}/\text{s}$ 。

### 5.3.2 充填钻孔设计宜按 GB 50771 的规定执行。

5.3.3 经搅拌系统制备的充填料浆应通过管道输送系统，依次经加压泵、地表充填管道/充填钻孔、井下充填管道、采场充填软管至采空区。

### 5.3.4 充填管道内径应与充填能力匹配充填管道内径 $D_l$ 可根据下式计算：

$$D_l = \sqrt{\frac{4Q_h}{\pi v}}$$

式中：

$Q_h$ ——充填系统小时充填能力；

$v$ ——管道工作流速。

### 5.3.5 管道壁厚应以管道承压计算，受内压直管厚度应按下式计算：

$$t_s = \frac{P \cdot D_0}{2([\sigma]^t E_J + PY)}$$

式中：

$t_s$ ——直管计算厚度，mm；

P——设计压力；取管道最大承压的 1.5 倍，MPa；

D<sub>0</sub>——管道外径，取无缝钢管常用的外径系列，mm；

[σ]t——在设计温度下材料的许用应力，16Mn 耐磨无缝钢管，室温下许用应力为 163MPa；

EJ——焊接接头系数，无缝钢管取 0.9；

Y——温度修正系数，取 0.4。

### 5.3.6 充填管道选型宜符合下列规定：

- 1) 主充填管竖直段和孔底弯管宜采用双金属复合管或耐磨性能不低于双金属复合管的其他管材；
- 2) 主充填管水平段宜采用耐磨无缝钢管、共挤耐磨层增强塑料复合管等耐磨管材；
- 3) 临近采空区的充填管宜采用钢编复合管、聚乙烯塑料管等。

### 5.3.7 管道敷设应符合下列规定：

- 1) 主充填竖直管不应设在提升井内，宜采用充填钻孔方式，大型矿山宜设立专用充填井；
- 2) 充填料浆管道及下料口应固定牢靠；
- 3) 充填管道连接件耐压等级不应低于连接管耐压等级，充填钻孔套管宜采用焊接或管箍连接，不经常拆卸的管段宜采用法兰盘连接或焊接，经常拆卸且易堵管的管段宜采用快速接头。

### 5.3.8 爆管堵管解决措施应符合下列规定：

- a) 当发生管道爆管和堵管时，应立即停止输送物料，持续往下料口注水，观察下料口水位情况。
- b) 液面持续不断出现气泡，表明管路未完全堵塞，可通过持续注水疏通。必要时准备下井沿充填空区尾端管路向垂直充填孔方向对管路拆除泄压，直至疏通管路后再恢复。
- c) 下料口液面无气泡，水位没有下降迹象，表明管路已出现堵塞，应下井沿充填空区尾端管路向垂直充填孔方向对管路拆除泄压；从末端往前拆除管路至中部位置仍无法对管路疏通时，应反向从垂直孔反向往尾端拆管泄压，通过前端疏通利用自流压力分段进行管路疏通，直至管路完成疏通为止。
- d) 处理过程中应安排 2~3 组人员同步作业，减少拆装管路时间。

## 5.4 井下空区充填

### 5.4.1 制定充填计划

每次充填前应编制充填计划，并应包括下列内容：

- a) 应绘制采空区实测图及相邻采场工程实测图；
- b) 应计算采空区总充填量、充填次数和单次充填量；
- c) 根据给出的空区涌水、顶板围岩情况及强度要求，提供充填配方；
- d) 充填管路、封闭挡墙、脱水、接顶等施工方案；
- e) 制定人员逃生路线等安全技术措施。

#### 5.4.2 待充矿房准备应符合下列规定：

- 1) 充填作业前，应保证矿房内矿石采出完毕，同时对待充填矿房相邻出矿巷、凿岩巷等位置构筑封闭挡墙。封闭位置应设在采空区进路的围岩稳固地段。构筑封闭挡墙前应清除巷道周边浮石；
- 2) 充填封闭挡墙构筑形式宜选择混凝土挡墙、砖砌挡墙、柔性挡墙；
- 3) 封闭挡墙参数和分次充填高度应通过力学计算确定，挡墙眉线下一次充填高度不宜超过1.5m，待料浆初凝后应进行第二次充填，充填超过挡墙后可进行连续充填；
- 4) 封闭挡墙构筑完成后，封闭挡墙与周边围岩接触处应做防漏浆处理；
- 5) 充填料浆泌水率大于5%时，宜设置脱水设施，矿房内应设置脱水管，挡墙处应设置泌水孔；
- 6) 充填过程中泌出水应收集至水仓。
- 7) 至空区充填管道应安装完毕；
- 8) 充填作业区附近宜设置沉淀池。

#### 5.4.3 充填站准备应符合下列规定：

- 1) 了解当值班次工作计划任务，井下各个充填点充填方量；料浆配合比；原材料准备情况；通讯是否畅通；电力供应是否正常；充填站设备完好率情况；人员到位情况；开机时间；环境影响因素；
- 2) 启动主控电脑，检查控制功能是否正常，设定充填参数；确认监控视频是否正常，控制室是否正常，是否有异味，保持控制室通风。

#### 5.4.4 空区充填应符合下列规定：

- 1) 中控室接到地下采场可充填的指令后，开启搅拌装置，注满清水至设计液位；
- 2) 开启搅拌装置排浆口，放出清水，清洗管道，在此过程中，保持搅拌桶进水状态；
- 3) 采场观察到管道出口有清水流出后，通知地面中控室充填；
- 4) 中控室接到采场充填管道有清水流出的信息后，按胶凝材料、骨料的先后顺序开启输送系统，开始充填；
- 5) 采场观察到已充填至设计高度后，通知中控室停止充填；
- 6) 中控室接到停止充填指令后，按骨料、胶凝材料的先后顺序停止供料，同时开启注水程序；
- 7) 采场观察到管道已无颗粒排出后，通知中控室停止注水，结束本次充填；
- 8) 引流水、洗管水应通过三通阀门排放至充填空区外的集水设施内；
- 9) 充填过程出现跑浆漏浆、压力表示数骤增、异味臭味产生等特殊情况应及时停止充填，找明原因并及时处理。

#### 5.4.5 充填接顶应符合下列规定：

- 1) 充填宜接顶；
- 2) 充填接顶宜多点、多次下料，充填料浆下料口和排气管进气口应设置在采空区顶板高处。

5.4.6 采场充填体强度试验时,应对采场充填管出料口充填料浆取样并制成充填体试样,或对已经充填到采空区的硬化充填体进行原位钻芯取样,充填体取芯试样应用保鲜膜包裹,并依次编录,加工成标准试件,进行单轴抗压强度测试。

#### 5.4.7 下步开采计划

充填半水磷石膏基配方,待达到养护龄期7d后,可开展相邻矿房回采作业。

### 6 充填质量

#### 6.1 充填材料质量

1) 半水磷石膏及石膏粉技术指标应符合表1的规定。

表1 半水磷石膏及石膏粉技术指标

名称	总P205/%	水溶P205/%	总F/%	水溶F/%	游离水/%	结晶水/%	2h结晶水转化率/%	细度(通过一定孔径的实验筛)/%	抗折强度/MPa	抗压强度/MPa
半水磷石膏石 膏粉	≤1.20	≤0.50	≤0.80	≤0.30	≤25.0	≤8.50	≤25.0	粒径5mm不大于95.0	--	≥2.00
半水磷石膏石 膏粉	≤1.35	≤0.65	≤1.10	≤0.65	≤0.5	4-6	--	粒径0.15mm不大于85.0	≥2.00	≥6.00

2) 结晶水转化率测试时,应将试样放置在70℃水浴锅内加速转化2h,取样测定游离水C、结晶水D,转化率应按下式计算:

$$\nu = \frac{B-D}{D} \cdot 100\%$$

式中:

V——转化率, %;

B——半水磷石膏初始结晶水, %;

D——半水磷石膏2h后结晶水, %;

3) 尾砂、磷石膏、粗骨料等充填集料性质应保持稳定。

4) 制浆、润管、洗管及清洗场地等用水应保障充足供应。

#### 6.2 充填料浆质量

1) 充填料浆质量浓度应保持稳定。

2) 充填料浆泌水率不宜大于5%。

3) 输送时,充填料浆坍落度宜为240~270mm,流动度宜为180~200mm,屈服应力宜为100~180pa。

4) 充填料浆凝结时间应至少8h以上。

#### 6.3 充填体强度质量

1) 磷石膏充填体强度应采用单轴抗压强度表示,可在实验室用标准试件测试,用70.7mm×

70.7mm×70.7mm 的标准试模制作的充填体试块应在温度(20±2)℃、湿度(95±1)%的恒温恒湿养护箱内按设计要求养护一定龄期, 单轴压缩试验得到的破坏强度为充填体单轴抗压强度。

2) 制作人工假顶时, 28d 强度宜在 3MPa 以上; 厚度 0.5~1m 的打底和胶面层充填时, 28d 强度宜在 3MPa 以上; 一步骤胶结充填时, 28d 强度宜为 1.5MPa~2.5MPa; 二步骤或嗣后充填时, 28d 强度宜在 0.5MPa 以上。

#### 6.4 充填配方及充填方式

1) 可明显看到有裂隙水, 后期采用的矿房充填宜采用水泥基充填配方, 在无水或小水矿房可采用石膏基充填配方。浇面层均采用水泥尾砂充填时, 可有效降低  $\text{Ca}^{2+}$ 、 $\text{SO}_4^{2-}$  的析出。

2) 对于二步骤矿房、老空区等的矿房, 可采用水仓淤泥、井下废石等伴随充填料适量充填。

### 7 环境保护

#### 7.1 有毒有害气体控制

充填过程中, 不应有有毒有害气体产生或在安全标准规定的限值内。并应符合下列规定:

- 1) 监测点: 应包括充填站原料、料浆搅拌上方、井下空区。
- 2) 监测频率: 充填过程应每 3~6h 一次。
- 3) 测定方法: 应采用气体检测仪。

4) 毒害气体超标解决措施: 毒害气体一旦超标, 且持续时间超过 5min, 应停止充填, 查明原因。或在井下充填矿房料浆出口处采取强制通风措施。

#### 7.2 充填体环保性

充填体毒性浸出应满足固体废弃物 I 类标准的规定。并应符合下列规定:

- 1) 采样点: 实验室充填体试块及井下充填体应现场取芯。
- 2) 采样频率: 每月应至少一次。
- 3) 测定方法: 按 GB 5086 的规定执行。

#### 7.3 水环境环保性

充填过程中, 水质标准限值应符合表 2 的规定。并应符合下列规定:

- 1) 监测水质类型: 应包括挡墙外的泌出水, 矿井水及周边水质。
- 2) 监测指标: 应包括 pH 值、 $\text{SO}_4^{2-}$ 、Ca、P、F、氨氮等指标。
- 3) 监测频率: 每月应至少一次。

表 2 水质标准限值

类型	pH	总 P/ppm	氟化物 /ppm	总硬度 (以 $\text{CaCO}_3$ 计) /ppm	硫酸盐 /ppm	氨氮 ( $\text{NH}_4$ ) /ppm	标准
地下水	6.5— 8.5	无	1.0	450	250	0.2	GB/T 14848-2017《地下水质量标准》 III类
地表	6—9	0.2	1.0	无	250	1.0	GB 3838-2002《地表水环境质量标准》

水							III类
矿井水	6—9	0.5	10	无	无	15	GB8978—1996《污水综合排放标准》Ⅰ类
泌出水	6—9	0.5	10	无	无	15	GB8978—1996《污水综合排放标准》Ⅰ类

## 8 检测方法

### 8.1 料浆 pH 检测

料浆 pH 检测应符合下列规定：

- 1) 把 pH 试纸放在表面皿上，再用玻璃棒蘸取待测料浆滴在 pH 试纸上，然后把试纸显示的颜色与标准比色卡对比，确定溶液的 pH；
- 2) pH 试纸不应用水湿润；
- 3) 用广泛 pH 试纸测得的 pH 数值宜为整数；
- 4) 显色时间宜以半分钟内的变化为准；
- 5) 实验完毕后，应对仪器洗涤后按正确方法放置到原来位置，试剂瓶应标签向外放在药品橱中。

### 8.2 料浆比重

测试方法可参照 GB/T 50080 执行。试验结果应精确至 0.01，应按下式计算：

$$\rho = \frac{m_1 - m_2}{V}$$

式中：

$\rho$ ——充填料浆密度，g/cm<sup>3</sup>；

$m_1$ ——容量桶和试样总质量，g；

$m_2$ ——容量桶质量，g

V——测量桶体积，1×10<sup>3</sup>cm<sup>3</sup>。

### 8.3 料浆扩展度与流动度检测

测试方法可参照 GB/T 50080 执行。

### 8.4 料浆凝结时间检测

测试方法可参照 GB/T 1346 执行。

### 8.5 充填试块浇筑及单轴强度试验

试验可参照 JGJ/T 70 的规定进行浇筑并测试料浆试块，应测试 3d、7d 和 28d 强度。试验结果应精确至 0.01，应按下式计算：

$$P = \frac{N}{A}$$

式中：

P——抗压强度， MPa；

N——试件破坏载荷， N；

A——试件承压面积， mm<sup>2</sup>。

#### 8.6 泌水率试验

使用 500ml 量筒，量筒质量计为 M<sub>1</sub>，往量筒中倒入 400g 混合均匀的料浆，量筒与料浆总质量计为 M<sub>2</sub>，用密封盖盖严，待静置 60min 后将量筒内上表层水用滴管吸出并记录吸出水的重量 H。实验结果应精确至 0.01，应按下式计算：

$$W = \frac{H}{M_2 - M_1} \times 100\%$$

式中：

W——泌水率， %；

H——析出水总质量， g；

M<sub>1</sub>——量筒质量， g；

M<sub>2</sub>——量筒和料浆总质量， g。

#### 8.7 线缩率试验

线缩率试验应按 GB/T 39489 执行。

#### 8.8 料浆浓度测试

料浆浓度应采用烘干法测试，应按下列步骤执行：

a) 取充填料浆搅拌均匀后，称取 100~200g 的充填料浆，记录料浆质量 m<sub>1</sub>；

b) 用布氏漏斗抽滤，抽滤后加少量无水乙醇洗涤，洗涤 2~3 次，待无明显液体滴落时，取下全部试样放入干燥箱在 45℃下烘干至恒重，石膏配方宜烘干 5 小时以上，记录质量为 m<sub>2</sub>。

c) 试验结果应精确至 0.01，应按下式计算：

$$P = \frac{m_2}{m_1} \times 100\%$$

式中：

P——料浆浓度， %；

m<sub>1</sub>——料浆初始重量， kg；

m<sub>2</sub>——料浆干基重量， kg。

#### 8.9 屈服应力测试

测试方法应按 GB/T 39489 执行。

#### 8.10 技术指标应符合表 3 的规定。

表 3 技术指标值

名称	泌水率%	塌落度 mm	流动度 mm	屈服应力 Pa	凝结时间 h	料浆 pH	单轴抗压强度 MPa	线缩率 %
技术指标	1-5	220-290	180-200	100-180	终凝>8h	12-13	0.5-5	<5