

# T/GRM

## 中关村绿色矿山产业联盟团体标准

T/GRM 095—2024

### 磷石膏基全固废充填材料配比设计与检测 技术规范

Technical Specification for Mixture Ratio Design and Testing of  
Phosphogypsum-based Solid Waste Filling Materials

2024 - 12 - 20 发布

2024 - 12 - 21 实施

## 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：绍兴文理学院、贵州华佑通信息技术有限公司、贵州大学、太原理工大学、中建安装集团有限公司、三峡大学、香港理工大学、云南大学、山东大学、中国矿业大学、中南大学、安徽建筑大学、南京工程学院、东南大学、贵州理工学院、贵州磷化（集团）有限责任公司、贵州蓝图新材料股份有限公司、中南（贵州）贵阳贵安产业技术研究院有限公司、贵州致远工程技术咨询有限公司、中铁二院贵阳勘察设计研究院有限责任公司、河北龙滕重工科技有限公司、六盘水师范学院、中铁十局集团城市轨道交通工程有限公司。

本文件主要起草人：浦少云、邬忠虎、段伟、李红林、邱祖军、王安辉、陈义、唐晓玲、陈筠、黄芳、贺明卫、杨孝宇、陈红鸟、吴军、刘洋、郎雷、李召峰、吴云、刘磊磊、黄凯、霍王文、陈瑞峰、王顺祥、许伯敏、沈泽炜、姚惠然、张希栋、李晓强、赵泽宁、李永辉、张煜冕、袁亚平、杨再祥、雷勇、方钱宝、贾世奎、刘镐、李富盈、喻晓峰、潘超、孙文吉斌、朱要强、徐桂弘、江海东、舒赞、田兴朝、陈孜伟、杨康、杨贵建、朱廷伟、李洪维、白建军、刘顿、刘向远、车晨阳。

# 磷石膏基全固废充填材料配比设计与检测技术规范

## 1 范围

本文件规定了磷石膏基全固废充填材料制备的原材料、充填材料配合比设计、充填材料生产与输送、充填材料环境与质量指标、充填材料检测和控制、检验规则及包装、储存和运输。

本文件适用于磷石膏基全固废矿山充填材料制备。

## 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 34330 固体废物鉴别标准 通则
- GB 6566 建筑材料放射性核素限量
- GB 5085.3 危险废物鉴别标准 浸出毒性鉴别
- GB 3838 地表水环境质量标准
- GB/T 51450 金属非金属矿山充填工程技术标准
- GB/T 51003 矿物掺合料应用技术规范
- GB/T 50080 普通混凝土拌合物性能试验方法标准
- GB/T 39489 全尾砂膏体充填技术规范
- GB/T 23456 磷石膏
- GB/T 20491 用于水泥和混凝土中的钢渣粉
- GB/T 18046 用于水泥、砂浆和混凝土中的粒化高炉矿渣粉
- GB/T 14848 地下水质量标准
- GB/T 8074 水泥比表面积方法 勃氏法
- GB/T 5484 石膏化学分析方法
- GB/T 2419 水泥胶砂流动度测定方法
- GB/T 1596 用于水泥和混凝土中的粉煤灰
- GB/T 1346 水泥标准稠度、凝结时间、安定性检方法
- GB/T 1345 水泥细度检验方法
- GB/T 750 水泥压蒸安定性试验方法
- GB/T 176 水泥化学分析方法
- GB/T 208 水泥密度测定方法
- YB/T 4328 钢渣中游离氧化钙含量测定方法
- JC/T 2073 磷石膏中磷、氟的测定方法
- JGJ/T 70 建筑砂浆基本性能试验方法

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

### 3.1 磷石膏 Phosphogypsum

湿法制取磷酸时得到的固体废弃物，主要成分是二水硫酸钙（ $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ），还含有未完全分解的磷矿、氟化物、放射性元素、重金属离子等杂质。

### 3.2 充填材料 Filling material

用于充填矿井采空区或溶洞中的土壤、砂、石、块石、工业固体废弃物和由水泥等胶凝物质组成的固体材料。

### 3.3 全固废充填材料 Full solid waste filling material

完全采用工业废弃物材料制备，用于填充采空区、空洞等空间的低碳绿色膏体材料。

### 3.4 胶凝材料 Binding materials

通过自身的物理化学反应，该材料由浆体变成坚硬的固体，并能将散粒材料或块状材料胶结成具有一定力学强度的复合固体。

### 3.5 泌水率 Bleeding rate

泌水量与充填材料拌合物含水量之比。

### 3.6 凝结时间 Setting time

自加水起至充填材料浆体开始失去塑性、流动性减小需要的时间。

### 3.7 流动度 Fluidity

表示充填材料浆体流动性的量度，流动度以充填材料在流动桌上扩展的平均直径（mm）表示。

### 3.8 无侧限抗压强度 Unconfined compression strength

试样在无侧向压力下，抵抗轴向压力的极限强度。

### 3.9 屈服应力 Yield stress

材料开始发生塑性变形时的应力值。

## 4 材料

### 4.1 磷石膏

磷石膏技术指标应符合表1的规定。

表1 磷石膏技术指标（GB/T 23456）

检测项目	技术指标	检测方法
附着水（H <sub>2</sub> O）（湿基）/%	≤25	GB/T 5484
二水硫酸钙（CaSO <sub>4</sub> ·2H <sub>2</sub> O）（干基）/%	≥65	
水溶性五氧化二磷（P <sub>2</sub> O <sub>5</sub> ）（干基）/%	≤0.20	JC/T 2073
水溶性氟离子（F <sup>-</sup> ）（干基）/%	≤0.10	GB/T 5484
水溶性氧化镁（MgO）（干基）/%	≤0.30	
水溶性氧化钠（Na <sub>2</sub> O）（干基）/%	≤0.10	
氯离子（Cl <sup>-</sup> ）（干基）/%	≤0.02	
放射元素	内照射指数I <sub>ra</sub>	GB 6566
	外照射指数I <sub>r</sub>	

### 4.2 工业固废胶凝组分材料

4.2.1 充填材料可选择矿粉、钢渣粉、F类粉煤灰等具有火山灰活性的工业副产品。制备充填材料前，应对原材料进行检测，物料检测技术指标应符合表2-表4的规定。

表2 矿粉技术指标（GB/T 18046）

项目	级别			检测方法
	S105	S95	S75	
密度/（g/cm <sup>3</sup> ）	≥ 2.8			GB/T 208
比表面积/（g/cm <sup>3</sup> ）	≥ 500	≥ 400	≥ 300	GB/T 8074

活性指数/%	7 d	≥ 95	≥ 70	≥ 55	GB/T 18046
	28d	≥ 105	≥ 95	≥ 75	
流动度比/%		≥ 95			/
初凝时间比/%		≤ 200			/
含水量（质量分数）/%		≤1.0			GB/T 18046
三氧化硫（质量分数）/%		≤4.0			GB/T 176
氯离子（质量分数）/%		≤0.06			
烧失量（质量分数）/%		≤1.0			
不溶物（质量分数）/%		≤3.0			
玻璃体含量（质量分数）/%		≥ 85			GB/T 18046
放射性	内照射指数IRa		≤1.0		GB 6566
	外照射指数Ir		≤1.0		

表 3 钢渣粉技术指标（GB/T 20491）

项目		一级技术指标	二级技术指标	检测方法
比表面积/(m <sup>2</sup> /kg)		≥ 350		GB/T 8074
密度/(g/cm <sup>3</sup> )		≥ 3.2		GB/T 208
含水量（质量分数）/%		≤1.0		GB/T 51003
游离氧化钙含量(质量分数)/%		≤4.0		YB/T 4328
三氧化硫含量（质量分数）/%		≤4.0		GB/T 176
氯离子含量（质量分数）/%		≤0.06		GB/T 176
活性指数/%	7 d	≥65	≥ 55	GB/T 51003
	28 d	≥80	≥65	
流动比/%		≥ 95		
安定性/%	煮沸法	合格		GB/T 750
	压蒸法	*6h 压蒸膨胀率不大于0.50%		GB/T 1346

<sup>a</sup> 如果钢渣粉中 MgO 含量不大于 5%时，可不检验压蒸安定性。

表 4 F 类粉煤灰技术指标

项目	技术指标	检测方法
烧失量/%	≤8.0	GB/T 176
含水量/%	≤1.0	GB/T 1596
三氧化硫 (SO <sub>3</sub> ) 质量分数/%	≤3.5	GB/T 176
游离氧化钙 (f-CaO) 质量分数/%	≤1.0	
二氧化硅 (SiO <sub>2</sub> )、三氧化二铝 (Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ) 和三氧化二铁 (Fe <sub>2</sub> O <sub>3</sub> ) 总质量分数/%	≥70.0	
密度/(g/cm <sup>3</sup> )	≤2.6	GB/T208
安定性(黄氏法)/mm	≤5.0	GB/T 1346
强度活性指数/%	≥70.0	GB/T 1596
细度(45μm的方孔筛筛余)/%	≤30.0	GB/T 1345

4.2.2 对于存在环境污染风险的材料选用前，应参照 GB 5085.3 进行危险废物鉴别，鉴别为危险固体废弃物的材料不应使用。

## 5 配比设计

### 5.1 一般规定

5.1.1 充填材料配比设计时，应按设计要求，施工特性、经济性以及材料力学性能、地下水环境耐久性，经技术经济比较确定。

5.1.2 充填材料混合料应通过试拌确定具有最佳和易性时的搅拌方法。

5.1.3 施工过程中，材料品质或规格发生变化时，应重新进行充填材料混合料配比设计。

5.1.4 充填材料应分析对环境的影响，当环境指标无法达到地下水III类标准时，应采用掺加水玻璃激

提高胶凝材料的地聚合反应作用。

5.1.5 充填材料最佳配比应根据磷石膏中有毒重金属离子，选定的材料，充填要求、施工要求，经配比试验确定。膏体配比应根据充填材料强度、环境要求、经济情况，经试验确定。

5.1.6 在最佳配比满足施工和环评要求情况下，可调整充填材料浓度，保证充填材料施工和易性，满足运输和充填等要求。

5.1.7 不同配比条件下充填材料的无侧限抗压强度应根据试验确定的最佳配比要求成型标准试件验证。

5.1.8 充填材料使用工业废弃物胶凝材料组分总含量推荐范围为 10 - 30%，磷石膏含量推荐范围为 70 - 90%。

## 5.2 充填材料性能

5.2.1 充填材料性能指标应符合表 5 的规定。

5.2.2 磷石膏、矿渣、钢渣、粉煤灰之间的比例，应按质量比确定。磷石膏用量宜为 60% - 80%，应经试验确定。

表 5 充填材料性能指标

性能	指标	单位	数值	测试标准
新鲜浆液	浓度	(%)	70-85	/
	凝结时间	(h)	0.75-10	GB / T 1346
	流动度	(mm)	170-250	GB/T 2419
	泌水率	(%)	≤ 5	GB / T 50080
	坍落度	(mm)	≥18	GB / T 50080
	屈服应力	(Pa)	视输送情况确定	GB/T 39489
充填材料	抗压强度	(MPa)	0.2-5	GJG/T 70

## 6 有害物质含量

充填材料有害物质浓度限值应符合表6的规定，表6中各指标的检测参照GB 5085.3执行。

表 6 充填材料有害物质浓度限值 (GB/T 14848, GB 3838)

项目	限值 (mg/L)									放射性指标 (Bq/L)	
	总磷 (以P计)	硫酸盐	氟化物	砷	镉	铬 (六价)	铅	硒	汞	总α放射性	总β放射性
28天标准试件	≤ 0.2	≤ 250	≤1.0	≤0.01	≤0.005	≤0.05	≤0.01	≤0.01	≤0.001	≤0.5	≤1.0

## 7 生产与输送

### 7.1 磷石膏收集、运输、贮存与预处理

7.1.1 磷石膏进场前，应根据填充区工程规模、位置、自然地理条件等要求，核算磷石膏需要量，并应安排作业运输计划。

7.1.2 可以采用散装供货，也可以采用包装供货，运输时不得与其他物料混装，保持运输工具清洁。

7.1.3 磷石膏进场堆放点应由项目单位选取，磷石膏堆放地点应保证平整，有足够的生产空间，并具有防水、防渗、防扬功能。堆放地点应设置防雨棚堆放地点应符合安评、消防、环评要求。

7.1.4 磷石膏预处理时，剔除磷石膏土块、塑料、金属材料、石头、木头等杂物；将结块的磷石膏粉碎，筛分成粒径一致的颗粒。

### 7.2 工业固废胶凝材料收集、运输、贮存与预处理

7.2.1 粉煤灰、钢渣粉、矿粉收集来源应以经济环保为主，在工程应用区附近收集。

7.2.2 不同材料分类运输，运输时不得与其他物料混装，保持运输工具清洁。

- 7.2.3 粉煤灰、钢渣粉、矿粉应分类存放，应采取防水防潮、防扬撒措施。
- 7.2.4 对结块胶凝材料应进行破碎，筛分成粒径一致的颗粒。

### 7.3 拌和

- 7.3.1 充填材料拌和设备应采用双螺旋搅拌机及成套设备，搅拌设备产量应满足施工要求。
- 7.3.2 搅拌设备料仓数目应与规定的备料档数相匹配，宜较规定的备料档数增加 1 个。
- 7.3.3 粉料仓供料设备应装有自动计量装置，并应在生产时调整进料速度。
- 7.3.4 充填材料生产前，材料比例应根据设计配比确定，应对搅拌设备和称量设备调试和标定，确定试生产参数。
- 7.3.5 搅拌设备调试和标定应包括料斗称量精度、胶凝材料用量、搅拌设备加水量控制等。
- 7.3.6 充填材料配比应进行试拌，成型养护后应取样进行表 5 的技术指标检测。

### 7.4 输送

- 7.4.1 采用泵压输送时，输送速度宜为 (0.8-1.4) m/s，采用自行输送时，输送速度宜为 (2.5-3) m/s。
- 7.4.2 采用泵压输送时，膏体材料屈服应力不应大于 50 Pa，采用自行输送时，屈服压力宜为 50 Pa - 200kPa。

## 8 检验规则

### 8.1 充填材料浆体质量检测

- 8.1.1 检测时，可从充填管出料口位置取样，倒入检测装置进行检测。
- 8.1.2 充填材料浆体质量浓度、泌水率、坍落度、凝结时间检测可参照 GB/T 50080 执行。
- 8.1.3 充填材料浆体泌水率、坍落度、凝结时间检测结果达不到标准值时，应及时调整浆体的浓度。

### 8.2 充填材料检测与控制

- 8.2.1 检测时，可从充填管出料口位置取样，浇灌至充填强度试模中，初凝后脱模并养护，待相应龄期进行充填体强度试验。
- 8.2.2 充填材料测试强度成型模具尺寸宜为 100cm×100cm 的方形模具，强度测试可参照 GB/T 51450 执行。
- 8.2.3 毒性浸出检测应取强度测试结束后的试样进行，试验可参照 GB/T 5085.3 执行。
- 8.2.4 检测时间应根据实际工程填充需求确定，测试 7、14、28 天强度和毒性物质浸出，强度、环境指标未达要求时，应重新调整配比或水固比。

### 8.3 复检

使用的材料批次发生变化时，应及时复检。