

# 2021 年自行监测方案

单位名称： 山西玉龙化工有限公司

编制时间： 2021年3月31日



# 目 录

|                        |    |
|------------------------|----|
| 一、排污单位概况.....          | 2  |
| (一) 排污单位基本情况介绍.....    | 2  |
| (二) 生产工艺简述.....        | 4  |
| (三) 污染物产生、治理和排放情况..... | 26 |
| 二、排污单位自行监测开展情况.....    | 38 |
| (一) 自行监测方案编制依据.....    | 38 |
| (二) 监测手段和开展方式.....     | 39 |
| (三) 自动监测情况.....        | 39 |
| 三、监测内容.....            | 40 |
| (一) 大气污染物排放监测.....     | 40 |
| (二) 水污染物排放监测.....      | 45 |
| (三) 厂界噪声监测.....        | 48 |
| 四、自行监测质量控制.....        | 52 |
| (一) 手工监测质量控制.....      | 52 |
| 五、执行标准.....            | 54 |

根据山西省生态环境厅晋环函〔2021〕59号文《关于切实推进2021年排污单位自行监测及信息公开工作的通知》要求，我公司依据《排污单位自行监测技术指南 总则》（HJ819-2017）、《排污单位自行监测技术指南 化学合成类制药工业》（HJ 883-2017）、《排污单位自行监测技术指南 农药制造工业》（HJ 987—2018）以及建设项目环境影响报告等文件编制了我公司2021年自行监测方案。

## 一、排污单位概况

### （一）排污单位基本情况

#### 1、基本情况

山西玉龙化工有限公司是山西玉龙投资集团转型发展战略的旗舰企业，山西玉龙投资集团是一家投资涉及能源、医药化工、现代服务业等领域的多元化综合性投资集团。公司借助集团公司的支撑，不断向生产高端精细化工产品和医药中间体的现代化企业迈进，并成立了中国科学院上海有机所朔州研发中心和兵器集团二零四所朔州研发中心，努力研发相关产品技术，并通过不断增强自身科技实力来加以实现。山西玉龙化工有限公司座落于怀仁县金沙滩医药化工园区，成立于2007年，注册资金1亿8千万，占地面积700余亩。

#### 2、项目环保手续完成情况

原山西省环境保护局于2008年6月以晋环函【2008】449号文下发了“关于怀仁县玉龙化工有限公司1000吨/年甲基胂、550吨/年三嗪环新建项目环境影响报告书”的批复文件；该工程于2008年开始建设，于2010年建设完成。

朔州市环境保护局于2010年12月以朔环发【2010】133号文下

发了“关于怀仁县玉龙化工有限公司 1000 吨/年甲基胂、550 吨/年三嗪环新建项目竣工环境保护验收”的意见；山西省环境保护厅于 2010 年 12 月以晋环函【2010】1614 号文下发了“关于怀仁县玉龙化工有限公司 1000 吨/年甲基胂、550 吨/年三嗪环新建项目竣工环境保护验收”的意见。

山西省发展和改革委员会企业投资项目备案证，晋发改备案[2013]46 号山西玉龙化工有限公司 10000t/a 乙撑胺项目备案。朔州市生态环境局于 2015 年 6 月 10 日以朔环函[2015]109 号文关于对山西玉龙化工有限公司 10000 t/a 乙撑胺项目环境影响报告书进行了批复。

2015 年，玉龙公司在现有厂区内进行了甲基胂产能扩建，扩建规模为 1500t/a。朔州市环境保护局于 2015 年 9 月以朔环审【2015】110 号文下发了“关于对山西玉龙化工有限公司甲基胂二期工程环境影响报告书”的批复。

怀仁县环境保护局于 2017 年 1 月以怀环函【2017】13 号文下发了“关于山西玉龙化工有限公司甲基胂二期工程项目竣工环境保护验收”的函。

2018 年为了进一步将公司产业做大做强，玉龙公司决定在现有一期 1000 吨/年甲基胂生产线的基础上，通过新增原料储罐、成品储罐、次钠配置系统、脱脞塔、提浓塔等，改造现有合成反应系统，将现有一期 1000 吨/年甲基胂生产线改造为一条年产 1000 吨偏二甲胂生产线，并不改动厂区现有的三嗪环生产线及二期甲基胂生产线。

怀仁县经济和信息化局以怀经信字【2018】22号文下发了“关于山西玉龙化工有限公司偏二甲肼技术改造项目备案”的通知，项目总投资1000万元。

朔州市生态环境局于2019年6月10日以朔环函[2019]25号文对山西玉龙化工有限公司偏二甲肼技术改造项目环境影响报告书进行了批复。随后偏二甲肼技术改造项目开工建设，于2019年7月20日基本建成。待申领了排污许可证后进行竣工环保验收工作。

山西玉龙化工有限公司三嗪环装置技改为2-氯-5-氯甲基噻唑项目建设地点位于怀仁经济技术开发区医药园内，本项目占地面积为1430m<sup>2</sup>，项目总投资3500亿元，其中环保投资200万元，占总投资的5.7%。于2018年6月20日在怀仁县经济和信息化局以怀经信字案[2018]21号文予以备案。

朔州市生态环境局于2019年6月10日以朔环函[2019]26号文对山西玉龙化工有限公司三嗪环装置技改为2-氯-5-氯甲基噻唑项目环境影响报告书进行了批复。随后三嗪环装置技改为2-氯-5-氯甲基噻唑项目开工建设，于2019年7月20日基本建成。待申领了排污许可证后进行竣工环保验收工作。

## （二） 生产工艺简述

### 1、甲基肼生产工艺流程

将氨水与软化水进入氨水制备器配制成氨水，储存于氨水储罐，配置好的氨水与次氯酸钠同时输送到氯胺制备器中生成氯胺溶液与40%含量的一甲胺进入甲基肼制备器，进行合成反应产生甲基肼，溶

液中存在过量的氨、一甲胺和副产物 NaCl。

将合成液送入脱氨塔脱除剩余的氨和一甲胺。从塔顶得到的氨和一甲胺混合物再送回至回收塔，将氨和一甲胺分离后送入合成器循环使用。脱氨后的残液送入到蒸发精馏塔脱盐、脱水。残液中大量的 NaCl 通过蒸发器高位槽进入离心机除去，蒸发器中的气相部分进入精馏塔减压精馏，塔顶产品进入合成单元作为软化水循环使用，塔釜产品为浓度较低的初产品，再经过精馏得到不同浓度的产品。

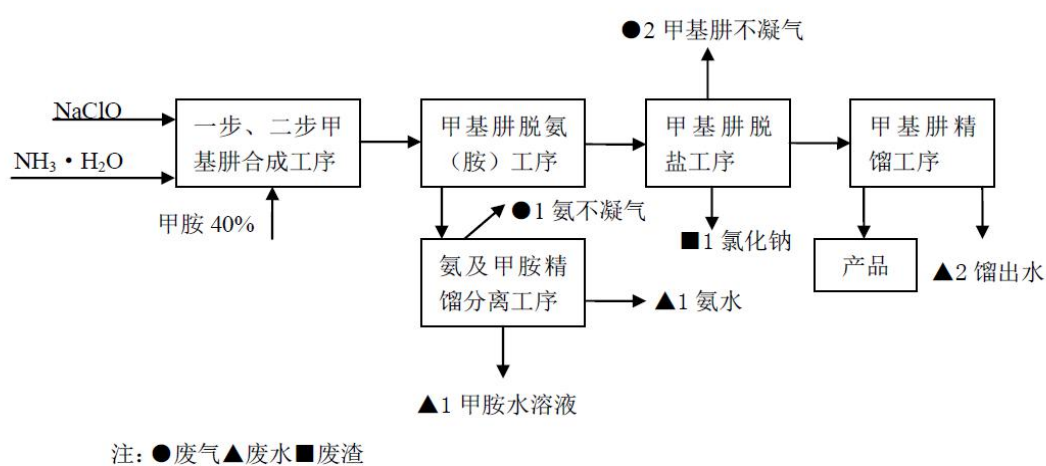
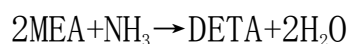
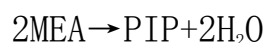
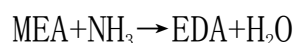


图 1-1 甲基胍生产工艺及产排污环节流程图

## 2、乙撑胺项目生产工艺流程

以乙醇胺和液氨为主体原料，在酸性催化剂的作用下发生气相缩合胺化反应合成乙二胺（EDA）、哌嗪（PIP）、三乙烯二胺（TEDA），副产物主要有：二乙烯三胺（DETA）、N-羟乙基哌嗪（HEP）、N-胺乙基哌嗪（AEP）。主要的反应方程式如下：



上述反应为平衡反应，反应生成的中间体及副产物：N-胺乙基哌嗪（AEP）、二乙烯三胺（DETA）、N-羟乙基哌嗪（HEP）等均可作为原料返回反应系统，生成乙二胺、哌嗪、三乙烯二胺等产物，而对反应器出口物料的组成及分布不产生明显的改变。

### （1）配料合成

新鲜乙醇胺（MEA）及液氨由界区外送到配料工序的乙醇胺罐及液氨罐。回收的 MEA 被输送进入 MEA 回收罐，回收的氨被输送进入液氨回收罐，在反应过程中它们均作为原料返回系统中。

液氨从液氨罐、液氨回收罐经计量泵输送进入蒸汽气化器，系统循环的氨气经压缩机增压后返回蒸汽气化器，氨在蒸汽气化器中经加热气化后进入氨气过热器加热形成过热气体；乙醇胺从 MEA 罐、MEA 回收罐经计量泵输送进入预热器被加热至 150℃；过热氨气和预热后的乙醇胺进入静态混合器，经充分混合气化后，进入过热器被进一步加热至 260℃；乙醇胺和氨的混合气体进入依次经过气气换热器、电加热器，进一步预热至反应温度 325℃，然后进入反应器，在反应温度 330℃、压力为 2.0MPa 的条件下在催化剂床层进行气相胺化反应；反应后的物流主要为 H<sub>2</sub>O、MEA、EDA、PIP、TEDA、AEP 等，从反应器底部引出，进入气气换热器、氨气过热器与原料气进行热量交换，换热后的物流进入产品冷凝器，经多级冷却后，反应气体温度由 330℃ 降至 111℃，此时反应气体为气液混合物；冷却后的物流在氨气液分离罐中进行气液分离，分离罐顶部的气体物料进入脱氨塔进行脱氨，氨气液分离罐底部的液体物料进入脱水塔塔前换热器，最终进入脱水塔。

气相物料从氨气液分离罐顶部进入脱氨塔，控制脱氨塔塔顶压力 1.95MPa，塔顶温度 50℃，塔釜温度 99℃；塔顶物料经脱氨塔冷凝器冷凝后，回流进入脱氨塔，未被冷凝的气相物料从塔顶冷凝器顶部去氨冷凝器，经冷凝后进入氨压缩机。

脱氨塔釜物料根据塔釜液位的高低控制其连续采出，并与氨气液分离罐底部的液相物料、乙二胺（EDA）产品塔釜物料、二甲苯水洗塔釜料、三甲苯水洗塔釜料一起进入脱水塔塔前换热器，经换热后进入脱水塔；靠近脱水塔塔顶引入来自粗 TEDA 塔釜的物料作为萃取剂；控制脱水塔塔顶压力 2.0atm，塔顶温度 115℃，塔釜温度 185℃；脱水塔塔顶采出的为氨和水的混合气体，进入脱水塔冷凝器，冷凝液进入脱水塔回流罐，经脱水塔回流泵，一部分作为回流返回脱水塔塔顶，另一部分进入水循环塔进一步回收氨；经脱水塔冷凝器而未被冷却的气相物料去氨压缩机。

水循环塔采用塔顶内回流，控制水循环塔塔顶压力 10atm，塔顶温度 45℃，塔釜温度 168℃；经过简单蒸馏从塔顶采出气相的氨，经水循环塔冷凝器冷凝，未被冷凝的气相氨去氨压缩机；极少量的冷凝液自然回流至水循环塔；水循环塔釜物料主要为含极少量 2,3-二甲基吡嗪的水溶液，根据组份情况一部分去废水处理，一部分去共沸物缓冲罐，最终循环至反应工序。

经氨压缩机增压后的气相氨在管道中汇合后，一部分循环至氨气化器，一部分经氨冷却器冷却后进入循环氨缓冲罐，系统中的不凝气经氨气冷冻捕集器，未被捕集的含氨不凝气进入尾气洗涤塔，经洗涤



后回收其中的氨后高空排放。尾气洗涤塔洗涤后的含氨水溶液被输送进入共沸物缓冲罐，最终循环进入反应系统。

## (2) 乙二胺 (EDA) 分离

脱水塔塔釜物料进入粗 EDA 塔，控制粗 EDA 塔顶压力 75kPa，塔顶温度 111℃，塔釜温度 157℃；塔顶采出粗 EDA，经粗 EDA 塔冷凝器冷凝后流入粗 EDA 塔回流罐，经粗 EDA 塔回流泵一部分物料送至粗 EDA 塔顶作为回流液，一部分物料经进入 EDA 产品塔进行产品精制；粗 EDA 塔塔釜物料经粗 EDA 塔底泵进入粗 PIP 塔。

EDA 产品塔主要分离 EDA 和水，控制 EDA 产品塔塔顶压力 10kPa，塔顶温度 58℃，塔釜温度 66℃；EDA 产品塔塔顶分离出符合要求的 EDA 产品，经冷凝器冷凝后，进入 EDA 塔回流罐，通过 EDA 塔回流泵一部分物料被输送至 EDA 产品塔顶作为回流液，另一部物料进入 EDA 产品罐。EDA 产品塔塔釜为 EDA 和水的共沸物，经塔釜出料泵进入水洗塔缓冲罐，最终循环至脱水塔。

## (3) 哌嗪 (PIP) 分离

粗 EDA 塔釜液组成中主要含有 MEA(乙醇胺)、PIP(哌嗪)、TEDA(三乙烯二胺)、DETA(二乙烯三胺)、AEP(氨乙基哌嗪)及其他重组分物质，进入粗 PIP 塔进行粗 PIP 的分离。

哌嗪为易升华、易结晶物质，其凝固点为 108℃。为了防止哌嗪结晶堵塞管道，粗 PIP 塔采用内回流冷凝器，控制粗 PIP 塔塔顶压力 50kPa，塔顶温度 81℃，塔釜温度 150℃；控制塔顶侧线采出口温度压力 50KPa，温度 124℃，粗 PIP 从侧线以气相的形式采出，进入 PIP

喷淋吸收器，与经过 PIP 溶剂预热器预热后的二甲苯逆流气液相交换吸收，将气相的 PIP 完全溶解，进入哌嗪吸收结晶单元。由于 PIP、二甲苯均为易挥发性物质，因此，在 PIP 喷淋吸收器顶部真空管线中设置二级冷却捕集器，捕集的液相物料流回 PIP 喷淋吸收器。

粗 PIP 塔塔釜物料组成为 MEA、TEDA、AEP 及其他重组分物质，进入后续三乙烯二胺（TEDA）精馏塔。

本工段主要污染源有：粗 PIP 塔真空系统放空气（G<sub>7</sub>），主要含有 PIP 等。

#### （4）三乙烯二胺（TEDA）分离

粗 PIP 塔塔釜物料进入粗 TEDA 塔进行精馏分离，由于 TEDA 为易升华、易结晶的物质，其凝固点为 158℃，为了防止结晶堵塞管道，粗 TEDA 塔采用塔顶内回流。控制粗 TEDA 塔压力为 50KPa，塔顶温度 142℃，塔釜温度 151℃；从粗 TEDA 塔顶采出的气相该股物料为 TEDA 与 MEA 的共沸物，进入 TEDA 喷淋吸收器，与经共沸剂预热器预热后的均三甲苯逆流气液相交换吸收，将气相的 TEDA 完全溶解，溶解后的混合物进入共沸精馏塔。由于 TEDA、均三甲苯均为易挥发性物质，因此，在 TEDA 喷淋吸收器顶部真空管线中设置二级冷却捕集器，捕集的液相物料流回 TEDA 喷淋吸收器。

控制共沸精馏塔压力 75kPa，塔顶温度 139.5℃，塔顶采出乙醇胺（MEA）和共沸剂（均三甲苯）的混合物，经冷却器冷凝后进入相分离器。分相后，相分离器上层“油相物料”为均三甲苯，一部分物料经回流泵回流进入共沸精馏塔，另一部分物料进入共沸剂循环罐；相分

器下层“水相物料”主要为乙醇胺（MEA），进入共沸剂与乙醇胺的分离塔（共沸剂循环塔）。共沸精馏塔塔釜采用强制循环再沸器，从塔釜提馏段侧线采出 TEDA 与均三甲苯混合物，进入 TEDA 结晶工序，塔釜间歇性的排放富含高沸物的残液至高沸物罐。

粗 TEDA 塔塔釜物料组份为 MEA、DETA、AEP 及其他重组份物质，其进入 MEA 塔精馏回收 MEA。

#### **（5）乙醇胺、高胺回收**

控制共沸剂循环塔塔顶压力 50kPa，塔顶温度 126℃，从塔顶采出乙醇胺（MEA）和共沸剂均三甲苯的混合物，经塔顶冷凝器冷凝后进入回流罐，经分相后“水相”物料为乙醇胺，经回流泵返回共沸剂循环塔，“油相”物料为均三甲苯，经塔顶出料泵送至共沸精馏塔相分离器；从共沸剂循环塔釜采出含有少量杂质的乙醇胺，进入 MEA 精馏塔回收乙醇胺。

粗 TEDA 塔和共沸剂循环塔塔釜物料进入 MEA 塔，控制塔压力 10kPa，塔顶温度 109℃，从塔顶采出气相的乙醇胺，经塔顶冷却器冷凝后进入 MEA 塔回流罐，通过 MEA 塔回流泵，一部分回流进入 MEA 塔，一部分进入 MEA 循环罐；控制 MEA 塔塔釜温度为 144.7℃，其物料组成主要为 AEP、TEDA 和 HEP，经塔釜出料泵送进入多胺回收塔。

控制多胺回收塔塔顶压力为 5kPa，塔顶温度 114.8℃，从塔顶采出气相的 TEDA，经冷却器冷凝后进入回流罐，通过回流泵，一部分回流返回多胺回收塔，一部分送至 TEDA 罐；多胺回收塔侧线采出液相的 AEP，至 AEP 罐；塔釜侧线采出物为 HEP，进入 HEP 罐；塔釜物

料为含 HEP 的焦油状物料，进入高沸物罐。

### **(6) 哌嗪、三乙烯二胺结晶**

粗 PIP 塔采用内回流冷凝器，从侧线采出气相粗哌嗪，进入 PIP 喷淋吸收器，与预热后的溶剂二甲苯逆流接触，将气相粗哌嗪吸收、冷却。为了避免出现“结疤”和“堵管”的现象，在操作控制方面确保该过程不出现哌嗪结晶，吸收哌嗪后的母液进入连续结晶装置结晶析出哌嗪晶体，后进入连续离心过滤装置，滤液为含有少量哌嗪的二甲苯溶液，经二甲苯循环罐返回 PIP 喷淋吸收器循环使用，当溶剂中杂质含量较高时，可进入二甲苯水洗塔进行处理，回收溶剂；过滤的滤饼为含有少量溶剂的哌嗪粗品，在真空干燥设备中干燥，得到哌嗪成品，进入包装工序。

共沸精馏塔塔釜提馏段侧线采出 TEDA 与均三甲苯的气相混合物，进入 TEDA 喷淋吸收器，与提前预热后的均三甲苯逆流接触，将气相的 TEDA 吸收冷却。为了避免出现“结疤”和“堵管”的现象，在操作控制方面确保该过程不出现 TEDA 结晶，吸收后的母液进入连续结晶装置结晶，进入连续离心过滤装置，滤液为含有 TEDA 的均三甲苯溶液，经三甲苯循环管返回 TEDA 喷淋吸收器循环使用，当溶剂中杂质含量较高时，可进入三甲苯水洗塔进行处理，回收溶剂；滤饼为含有少量溶剂的 TEDA 粗品，在真空干燥设备中干燥，得到 TEDA 成品，进入包装工序。

### **(7) 溶剂回收处理**

由于结晶过程中随着溶剂的不断循环，其中所夹带的杂质含量也

会逐渐增加，为了脱除溶剂中的杂质，充分利用溶剂和杂质在水中溶解度不同的性质，采用水洗的方法将溶液中的杂质萃取至水相中，循环至分离工序；油相物料为高纯度的二甲苯及均三甲苯，可返回结晶工序和共沸精馏塔。

自二甲苯循环罐来的溶剂从二甲苯水洗塔中下部进料，共沸物缓冲罐来的物料从水洗塔中上部进料，在水洗塔中进行逆流接触，轻组分为处理后的二甲苯，从水洗塔顶部溢流至二甲苯罐，水洗塔塔釜为水相物料，通过水洗塔塔底泵，输送进入共沸物缓冲罐，最终进入脱水塔。

自三甲苯循环罐来的溶剂从三甲苯水洗塔中下部进料，共沸物缓冲罐来的物料从水洗塔中上部进料，在水洗塔中进行逆流接触，轻组分为处理后的三甲苯，从水洗塔顶部溢流至三甲苯罐，水洗塔塔釜为水相物料，通过水洗塔塔底泵，输送进入共沸物缓冲罐，最终进入脱水塔。

## **(8) 催化剂预处理及再生**

### **① 催化剂预处理**

催化剂预处理过程采用  $N_2$  进行稀释。

操作过程为： $N_2$  经电加热器预热后与来自氨气气化器预热后的氨气混合进入反应器，未被吸收完全的反应尾气进入尾气洗涤塔，经洗涤回收其中的氨，洗涤后的含氨水溶液被输送进入共沸物缓冲罐，最终循环进入反应系统。

### **② 催化剂再生**

催化剂结焦失活后，需采用空气和氮气的混合气体进行再生。

操作过程为： $N_2$ 和压缩空气一起引入电加热器，经预热后的混合气体进入反应器，再生后的尾气主要为未反应的氮气、压缩空气及再生产生的二氧化碳等，进入尾气洗涤塔，经洗涤后去除其中的二氧化碳等，未被洗涤的氮气和压缩空气高空排放。

乙撑胺生产工艺及产排污环节流程见图 1-2。

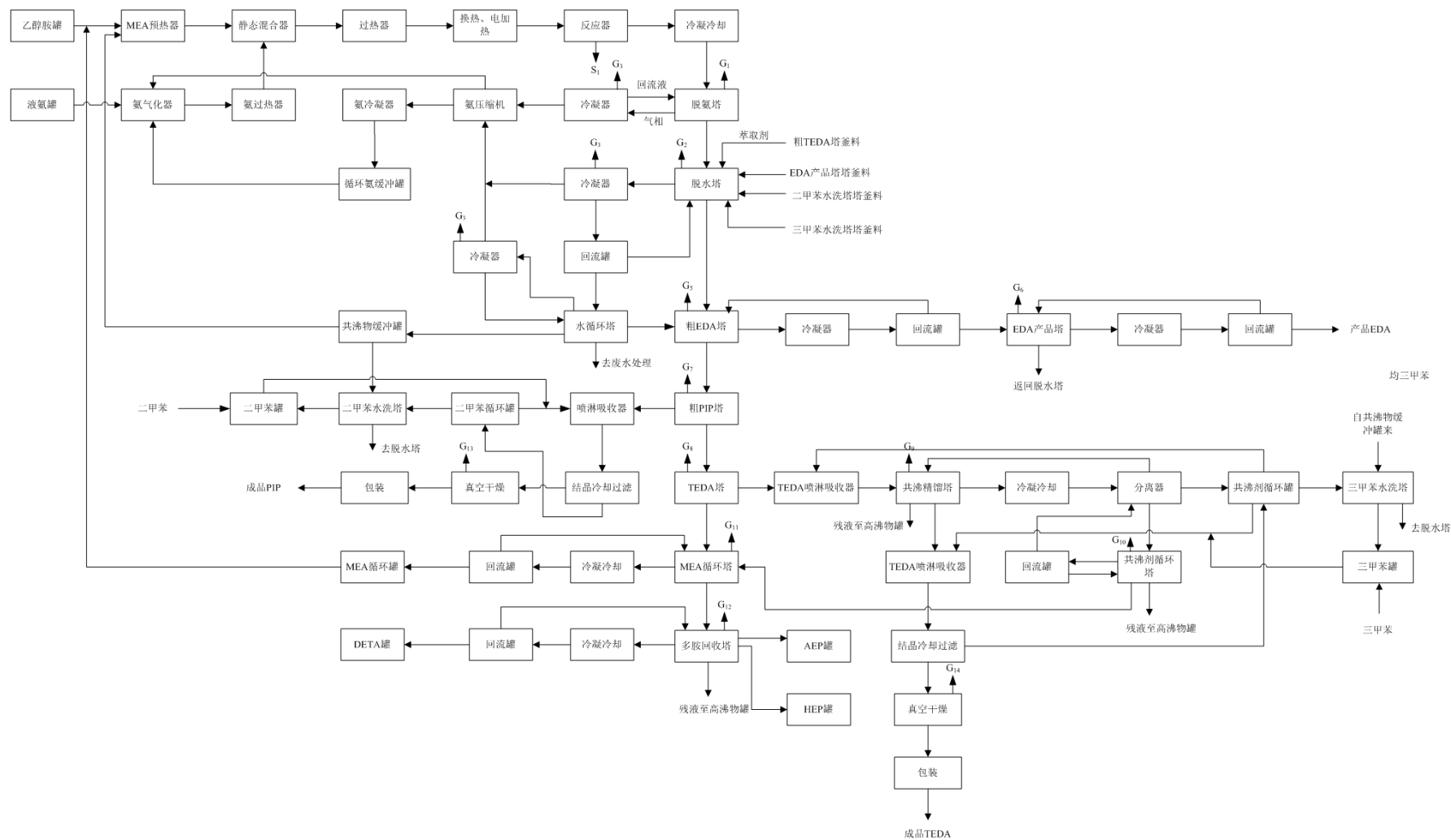


图 1-2 乙撑胺生产工艺及产排污环节流程图

### 3、偏二甲胍生产工艺流程

偏二甲基胍采用的生产工艺是氯氨法，由次氯酸钠溶液和氨水及二甲胺在密闭条件下，反应生成偏二甲胍水溶液，然后将偏二甲胍水溶液经脱氨、精馏，脱脞，提浓，提纯等工序，最后得到 98.5%偏二甲基胍，即成品。

#### (1) 次氯酸钠配置工序

将配料罐中加入 2.3m<sup>3</sup> 水，开冷冻盐水降温，将浓度为 32%氢氧化钠 2.9m<sup>3</sup> 缓慢加入配料罐，完全混合后体积 5.4m<sup>3</sup>，每升含 225g 氢氧化钠，在加 32%氢氧化钠过程中开启循环泵，待储罐内氢氧化钠溶液温度达到 0℃时，通入液氯 1250 公斤，液氯通过盘管式汽化器，由盘管外热水加热汽化，经氯气缓冲罐后进入次氯酸钠配料罐，与氢氧化钠反应生成次氯酸钠溶液，次氯酸钠含量约 10%（160±5g/L）。

反应方程式为：



本工段密闭操作，不外排废气，反应生成水在系统内循环。

#### (2) 偏二甲胍合成工序

##### ①氨水制备

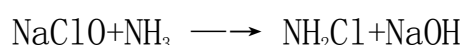
从液氨储罐来的液氨经过液氨冷却器冷却后与软水按比例在混合器中混合，混合后的氨水经过氨水冷却器降温至 10℃送至氨水储罐参与合成一步反应。

##### ②偏二甲胍合成

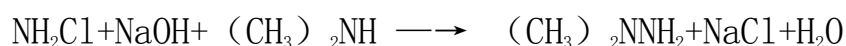
由液氨中间罐的来的液氨通过调节阀调节流量后（320-350L/h）



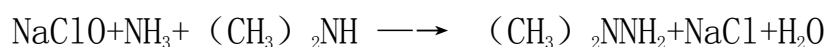
与软水通过调节阀调节流量后（0.5MPa、进料量：2000-2200 L/h）按比例进入氨水混合器，氨水混合器为盘管结构，混合热由盘管外侧盐水移走。氨水经氨水冷却器进一步冷却，温度降到 10-15℃，与次氯酸钠溶液（0.5MPa，常温，进料量 2200L/h）进入一步反应器（反应器为盘管结构），进行反应，生成  $\text{NH}_2\text{Cl}$ ，氢氧化钠的混合溶液。反应过程中，反应热由盘管外冷冻盐水调节控制。反应方程式为：



一步反应液与二甲胺中间罐来的二甲胺一起进入二步反应器，反应生成偏二甲肼和氯化钠混合溶液。第二步反应同样为放热反应，反应器结构同第一步反应器。本工序的反应方程式为：



反应液（0.4MPa，10-15℃）与 99%二甲胺溶液（0.5MPa，常温，进料量 800L/h）进入二步反应器，反应生成偏二甲基肼和氯化钠混合溶液。第二步反应同样为放热反应，反应器结构同第一步反应器。反应方程式为：



反应过程中产生的反应热用冷却水移走。生成的偏二甲基肼溶液（浓度 4%左右，压力 0.4MPa，温度 50℃）经过水冷却，冷冻盐水冷却后，温度降低到 20-25℃，进入合成液贮罐。

本工序废气主要有合成液储罐排气，主要成分为氨、二甲胺等；反应生成水在装置内循环不外排。

### （3）蒸发脱氨（胺）工序

来自合成液贮罐的偏二甲基胍水溶液，经进料泵打入进料预热器预热后到 90℃，进入脱氨塔精馏，塔顶得到氨和二甲胺。脱氨塔塔顶蒸出的馏分（35-40℃，0.5MPa）经冷凝器冷凝后，进入馏出液贮罐，脱氨塔塔釜产生的釜液（0.5MPa，156℃，釜出量 4600L/h）即为偏二甲基胍和氯化钠水溶液，经残液冷却器冷却到 60℃后，进入残液贮罐内。

本工序废气主要有脱氨塔气液分离器排气，主要污染物为氨、二甲胺等；无废水产生。

#### （4）氨回收工序

将脱氨塔塔顶馏出液（0.32-0.42MPa，馏出量 800 L/h），由进料计量泵经泵前冷却器打入进料缓冲罐后进入回收塔，控制回收塔温度 80-90℃，压力 1.2MPa，由塔顶蒸出的馏分经馏出液冷凝器冷凝为 25℃液氨（99%），送入液氨中间罐。回收塔塔釜产生的残液为含量为 97%二甲胺，将其送入二甲胺中间罐内。回收的液氨、二甲胺可以循环套用。

本工序主要废气为氨分塔顶、氨分塔事故罐和氨分塔气液分离器的放空气，主要成分为氨、二甲胺等；废水为冷凝器冷凝液，主要成分为氨、二甲胺。

#### （5）偏二甲基胍精馏脱盐工序

将脱氨后的偏二甲基胍水溶液经进料预热器预热到 90℃，进入精馏塔，精馏塔操作压力为 0.3MPa，精馏塔顶部的馏出份为含量 280g/L 偏二甲基胍水溶液，精馏塔塔釜产生的釜液为含盐废水，进

入蒸发工段脱盐，冷凝水循环利用。

本工序废气主要为偏二甲胂储罐、蒸发精馏塔、蒸发馏出液罐等放空气，主要成分为氨、二甲胺、偏二甲胂等；无废水产生。

#### （6）蒸发工序

将精馏工序产生的含氯化钠的废水打入蒸发器内，通过蒸汽加热汽化，蒸发器顶部为水蒸汽，经冷凝器冷凝回收利用。蒸发器蒸发后的残液为高浓度盐水，经沉降、分离，得到氯化钠副产品。

本工序废气主要为蒸发器产生的放空气，主要成分为偏二甲胂；废水为精馏残液，主要污染物 pH，以及馏出水主要含有少量偏二甲胂。

#### （7）脱脞工序

将精馏工序馏出物，压入脱脞工序的蒸馏塔釜中，控制塔釜温度 60~62 度，真空度 300mmHg，当釜液位降至起始液位的 90%时，取样分析检验，合格后，把合格的偏二甲基胂水溶液，用氮气压入提浓工序进料槽中。

#### （8）提浓工序

启动甲基胂和液碱进料泵，将脱脞合格后的偏二甲基胂水溶液，50%液碱，按比例加入提浓塔中，塔釜加满后，打开再沸器蒸汽阀门（同时打开塔顶冷凝器冷却水），缓慢加热使釜温升至  $108 \pm 2$  度，全回流。待塔参数稳定后，取样分析，若残液中甲基胂含量小于 2g/L 时，即可按比例进料、排残。馏出是含量达到 95%的偏二甲胂，残液为含量 180~220g/L 的废碱。此废碱可以制作次氯酸钠做消毒液。

### (9) 成品工序

将提浓后的粗产品进一步间歇精馏，得到含量大于 98.5% 偏二甲基胂。

来自提浓工序 95% 甲基胂加入塔釜，塔釜通蒸汽缓慢升温，使塔釜温度升至 68℃，控制塔釜压力不超过 0.05MPa，当塔顶温度缓慢升至 58℃ 半小时后，适当送冷却水，稳定 1 小时后，取回流样分析，当轻组分含量低于 1% 时，可全部打开冷却水，同时给氮封，保持塔内 10~15mmHg 正压。合格后开始馏出。调节蒸发量，使釜压 0.013~0.015MPa，回流量大于 3000 升每小时，馏出可控制在 300L/h。当釜温逐渐上升时，回流量逐渐减少，馏出也要相应减少。馏出含量低于 99% 时，即可停止蒸馏。

### (10) 尾气吸收工序

将各塔及各贮槽尾气用水喷淋吸收，回收其中的氨、二甲胺、偏二甲基胂。各塔尾气及各槽罐尾气分别进入低尾缓冲罐和高尾缓冲罐，气体再经吸收塔喷淋吸收，塔顶气体排放，釜液进入循环槽。当循环槽甲基胂含量达到 5g/L 后，送回合成工序合成液储槽。

偏二甲基胂生产工艺及产排污环节流程见图 1-3。

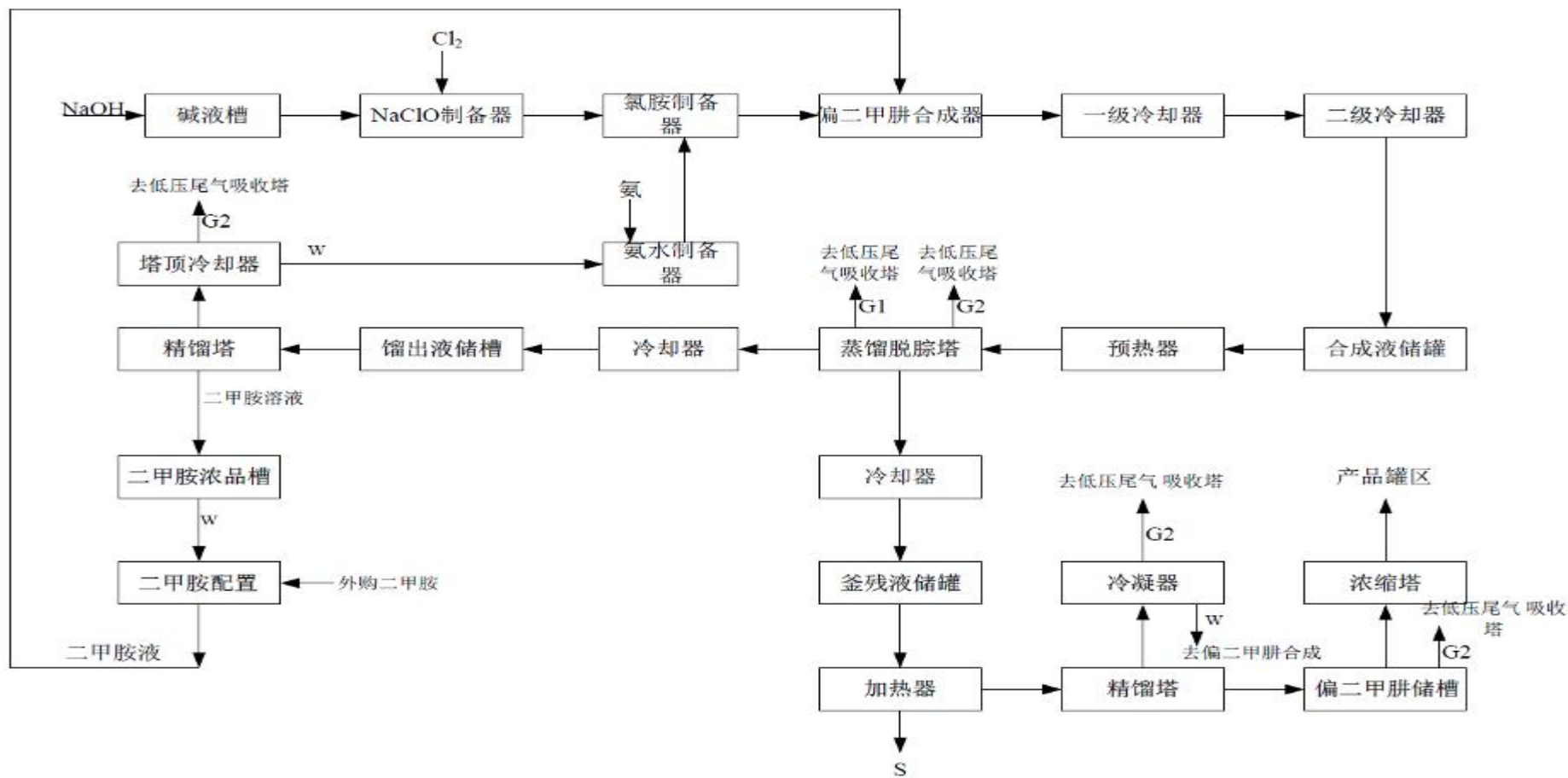


图 1-3 偏二甲胂生产工艺及产排污环节流程图

#### 4、2-氯-5-氯甲基噻唑生产工艺流程

本项目产品 2-氯-5-氯甲基噻唑的生产是以 2, 3-二氯丙烯和硫氰酸钠为起始原料，首先生成中间体 2-氯丙烯硫代异氰酸酯，再经过氯化反应得到 2-氯-5-氯甲基噻唑。

具体生产工艺流程如下：

##### (1) 2-氯丙烯硫代异氰酸酯合成

##### ①酯化合成

首先将原料 2, 3-二氯丙烯 1100kg 经计量后泵入 2, 3-二氯丙烯高位槽备用。然后向酯化合成反应釜中加定量水 1400kg、原料固体硫氰酸钠 710kg，加料完毕后开动釜内搅拌机进行匀速搅拌控制转速在 60r/min 左右，开启冷凝器及配套循环冷却水系统，将蒸汽(0.5MPa、150℃)通入反应釜夹套内进行间接加热使釜内物料缓慢升温至 80℃，升温耗时 1.0h，控制反应釜在常压、温度 80℃左右条件下，回流状态下滴加来自高位槽的原料 2, 3-二氯丙烯，滴加耗时控制在 2h；滴加完成后蒸汽继续加热反应釜使釜内物料升温至 100℃，控制反应釜在常压、温度 100℃左右条件下继续保温反应 4h，生成 2-氯丙烯硫代异氰酸酯，酯化合成反应结束。

酯化反应总耗时约 7.0h。

##### ②粗品洗涤

酯化合成反应结束后，向反应釜夹套内通入循环冷却水降温至 50℃左右，耗时 1.0h；然后向反应釜内加水 500kg 进行一次水洗，搅拌均匀后静置分层，耗时 1.5h，静置分层后上层水相排出进入废

水处理工序，下层物料层转至周转釜；向周转釜内再次加水 500kg 对分层后酯化混合物料进行二次水洗，搅拌均匀后静置分层，耗时 1.5h，上层水相收集进入废水处理工序，下层物料层 2-氯丙烯硫代异氰酸酯粗品 1294kg 导入蒸馏釜进行精制。

### ③粗品精制

控制精制蒸馏釜在压力-0.098MPa 条件下，夹套内通入蒸汽（0.5MPa、150℃）缓慢加热釜内物料升温至 80℃左右，收集前馏份 2，3-二氯丙烯进入前馏接收槽，然后作为下一批次原料回用，耗时 2.0h；然后继续加热升温控制蒸馏釜内物料温度在 80-100℃时收集中馏分进中馏接收槽，得 2-氯丙烯硫代异氰酸酯精品 1095kg，耗时 3.0h。

2-氯丙烯硫代异氰酸酯粗品精制耗时 5.0h。

## (2) 2-氯-5-氯甲基噻唑合成及精制

### ①氯化合成

首先向硫酰氯高位槽中泵入定量的硫酰氯、甲苯高位槽中泵入定量的甲苯；然后向噻唑合成釜中加入计量后的原料甲苯（溶剂）1850kg、上步工序得 2-氯丙烯硫代异氰酸酯精品 1095kg，加料完毕后开动釜内搅拌机进行匀速搅拌控制转速在 60r/min 左右。噻唑合成釜在常压常温条件下滴加硫酰氯 1200kg，滴加耗时控制在 1.0h，滴加完成后反应釜夹套内通入蒸汽（0.5MPa、150℃）间接加热反应釜内物料升温至 40℃，在此温度条件下进行保温反应 4h；然后继续加热反应釜缓慢升温至 80℃继续保温反应 1h。

保温反应结束后，合成釜夹套内通入循环冷却水使反应釜内物料降温至 30℃，耗时 1.0h，然后将降温后的氯化物料转料至盐酸萃取釜。

噻唑合成工序产生的尾气进入废气处理系统。

噻唑氯化合成工序总耗时 7.0h。

### ②盐酸萃取

将来自储罐区盐酸储罐的 36% $\text{HCl}$  导入盐酸低位槽，再经盐酸泵泵入盐酸高位槽待用。在常温常压条件下，向盐酸萃取釜内加入经计量后的 36%盐酸 1200kg 分三次进行萃取，静置分层后下层盐酸层用转料泵转料至 1, 2-二氯乙烷萃取釜，上层甲苯层用转料泵转至甲苯蒸馏釜。

盐酸萃取总耗时 5.0h。

### ③甲苯回收

向甲苯蒸馏釜中加入计量后的水 500kg，加料完毕后开动釜内搅拌机进行匀速搅拌控制转速在 60r/min 左右，搅拌混合 30min 后静置分层，静置分层耗时 2h；分层后下层废水进入废水处理工序，然后反应釜夹套内通入蒸汽（0.5MPa、150℃）进行加热，控制蒸馏釜在压力-0.08MPa、温度 80℃条件下，蒸馏出甲苯 1846kg 进入甲苯接收槽回用，蒸馏釜底残液 13.4kg 装桶外送有资质单位处置。

甲苯回收工序总耗时 5.0h。

### ④2-氯-5-氯甲基噻唑粗品

将来自储罐区的 1, 2-二氯乙烷泵入二氯乙烷高位槽待用。首先



向 1, 2-二氯乙烷萃取釜中加入计量水 900kg, 然后从二氯乙烷高位槽向二氯乙烷萃取釜加入 1, 2-二氯乙烷 1200kg, 分三次进行萃取, 萃取总耗时 5.0h;

萃取静置分层后上层水相进入废水处理工序, 下层料层转至周转釜; 向周转釜内再次加水 500kg, 搅拌混合后静置分层, 耗时 2.0h, 分层后上层水相进入废水处理工序, 下层油相 1, 2-二氯乙烷层转至二氯乙烷蒸馏釜。

二氯乙烷蒸馏釜夹套内通入蒸汽 (0.5MPa、150℃) 进行间接加热, 控制蒸馏釜在压力-0.08MPa、温度 80℃条件下进行, 将溶剂 1, 2-二氯乙烷蒸出收集进入二氯乙烷接收槽回收循环套用, 得蒸馏釜釜中物料 2-氯-5-氯甲基噻唑粗品 1482.5kg。蒸馏工序耗时 3.0h。

### ⑤2-氯-5-氯甲基噻唑精制

将上步所得 2-氯-5-氯甲基噻唑粗品导入噻唑精制蒸馏釜内, 夹套内通入蒸汽 (0.5MPa、150℃) 进行间接加热, 控制蒸馏釜在压力-0.098MPa 条件下, 缓慢升温至 80℃收集前馏份进前馏接收槽 100kg 左右 (收集进入二氯乙烷中间釜后循环回用); 然后继续加热蒸馏釜内物料控制在压力-0.098MPa、温度 100-120℃条件下收集中馏分进中馏接收槽, 得 1280kg 2-氯-5-氯甲基噻唑成品。

蒸馏结束后蒸馏釜底残液装桶外送有资质单位进行合理处置。

2-氯-5-氯甲基噻唑精制工序总耗时 6.0h。

综上, 本项目全年需生产 937.5 批次, 平均每天约 3 个批次。

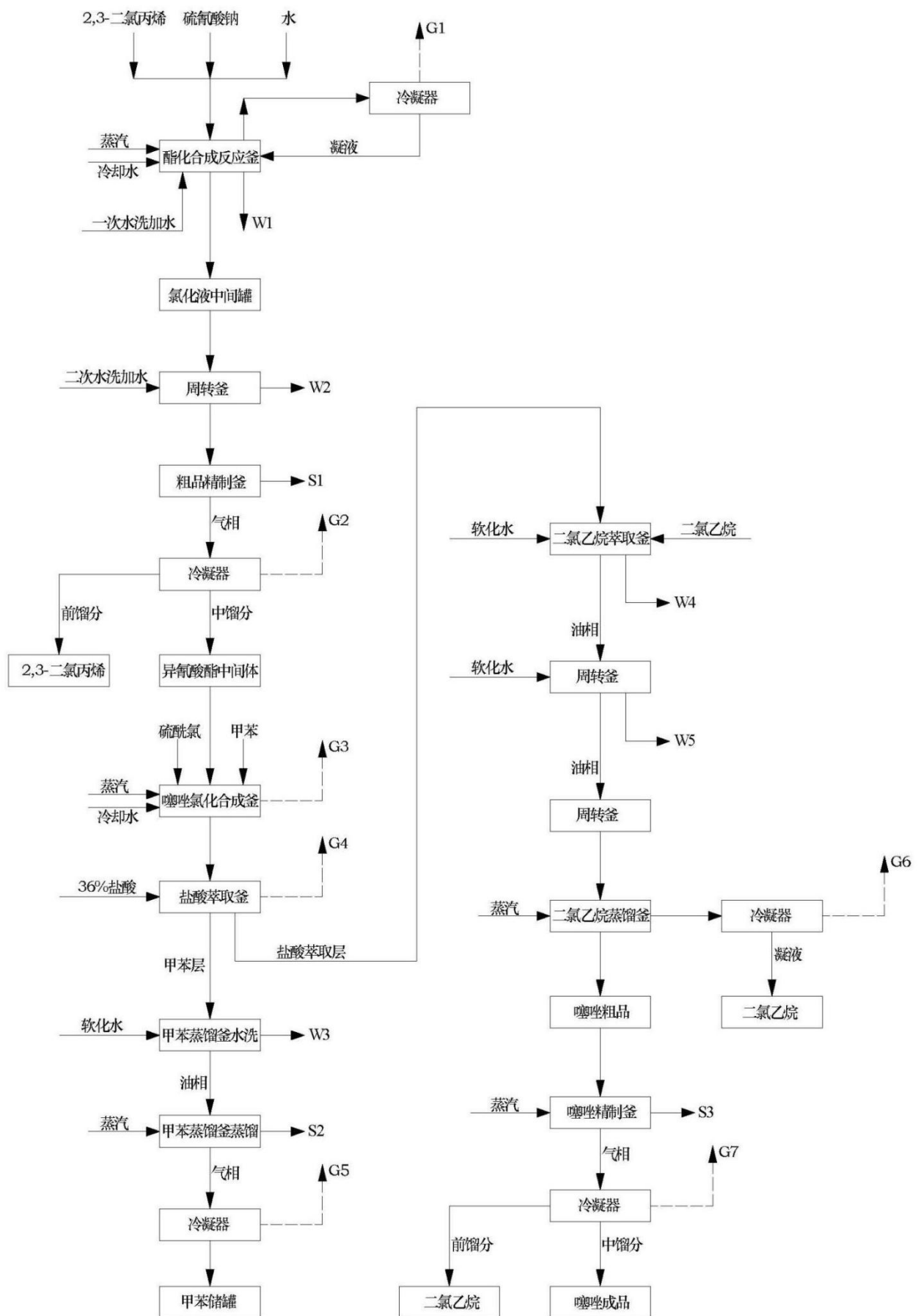


图 1-4 2-氯-5-氯甲基嘧唑生产工艺流程图

### (三) 污染物产生、治理和排放情况

#### 1、废气产生、治理和排放情况

##### (1) 乙撑胺项目废气产生、治理和排放情况

1) 脱氨塔、脱水塔塔顶废气，以及脱氨塔冷凝器排放气、脱水塔冷凝器排放气、工艺水循环塔冷凝器排放气中含有氨等污染物，送至氨捕集冷凝器以冷冻水进一步冷凝冷却并分离，氨捕集冷凝器不凝气送尾气洗涤塔处理；尾气洗涤塔以共沸物缓冲罐中的含氨水为吸收剂，与废气逆流接触，将废气中的氨吸收，吸收效率可达 70%，经喷淋吸收后的废气通过 30m 排气筒达标排放，吸收液返回脱水塔。

2) 粗 EDA 塔真空系统、EDA 塔真空系统、粗 PIP 塔真空系统、粗 TEDA 塔真空系统、共沸精馏塔真空系统、共沸剂循环塔真空系统、MEA 塔真空系统、多胺回收塔真空系统中含有少量 EDA、PIP、TEDA、MEA、二甲苯、均三甲苯等，其他为氮气和氧气，可直接排入大气。

3) EDA、DETA、HEP、AEP 罐、氨储槽排放的气体中含有 EDA、TEDA、PIP、氨等对人体皮肤有伤害的污染物，设计将这部分废气送入尾气洗涤塔，少量洗涤水从洗涤塔顶部注入，排放气自下而上，与自上而下的洗涤水逆流充分接触，洗涤水吸收了废气中的大部分 EDA、TEDA、PIP 等后返回脱水塔，废气中剩余的少量 EDA、TEDA、PIP 与脱氨塔、脱水塔塔顶废气排气筒排入大气。

4) 生产中各中间贮罐、回流罐、缓冲罐等排放气，以及各冷凝器的排放气中大部分为氮气，含有少量的 EDA、PIP、TEDA、MEA、二甲苯、均三甲苯等，通过各装置放散口放散，以无组织形式进入大气。

## (2) 偏二甲胍项目废气产生、治理和排放情况

1) 高压废气治理：本项目带压废气主要为氨分塔顶、氨分塔事故罐和氨分塔气液分离器、氨储罐，主要成分为氨及二甲胺，根据其成分的性质，依据现有工程回收装置的实际效果，本项目利用现有工程的一套高压洗涤吸收系统，通过加压两级水洗吸收后高点排空。

2) 低压废气治理：本项目常压废气污染源主要为脱胺塔顶、蒸发精馏塔一二级冷凝器、浓缩二塔一二级冷凝器、浓缩三塔冷凝器、二甲胺储罐，主要成分为氨及二甲胺，根据其成分的性质，依据现有工程回收装置的实际效果，本项目利用现有的一套低压洗涤吸收系统，通过加压两级水洗吸收后高点排空。

3) 无组织废气：本项目无组织废气主要为液氨存储、输送转移过程中阀门密闭不严以及反应塔釜密封点泄漏等。本项目液氨和二甲胺罐区所有储罐的安全阀（主要是氨和二甲胺）带压的液氨气体出口管线送至高压尾气缓冲罐，高压尾气缓冲罐尾气送至高压尾气吸收塔吸收后排放。

## (3) 2-氯-5-氯-甲基噻唑项目废气产生、治理和排放情况

### 1) 中间体酯化合成废气。

中间体 2-氯丙烯硫代异氰酸酯在酯化合成反应釜进行反应时会产生废气，主要污染物为 2, 3-二氯丙烯及异硫氰酸酯等。

反应釜配套两级冷凝器对产生的废气进行冷凝回收后返回合成反应釜，将不凝废气收集引入 1#废气处理系统进行处理。1#废气处理系统采用 UV 光解+两级活性炭吸附处理装置进行净化处理，净化后尾

气经 20m 高的排气筒达标排放。

#### 2) 中间体精制废气。

中间体 2-氯丙烯硫代异氰酸酯在粗品精制工序会产生废气，主要污染物为 2, 3-二氯丙烯及异硫氰酸酯等。

粗品精制釜配套两级冷凝器对产生的废气进行冷凝回收后返回精制蒸馏釜，将不凝废气收集引入 1#废气处理系统进行净化处理。

#### 3) 甲苯回收废气。

2-氯-5-氯甲基噻唑合成工序使用甲苯作为溶剂，在甲苯回收工序对甲苯进行蒸馏回收时会产生废气，主要污染物为甲苯。

反应釜配套两级冷凝器对产生的废气进行冷凝回收后返回甲苯蒸馏釜，将不凝废气收集引入 1#废气处理系统进行净化处理。

#### 4) 二氯乙烷蒸馏回收废气。

2-氯-5-氯甲基噻唑粗品采用二氯乙烷作为溶剂进行萃取回收，在对溶剂二氯乙烷进行蒸馏回收时会产生废气，主要污染物为二氯乙烷。

反应釜配套两级冷凝器对产生的废气进行冷凝回收后返回蒸馏釜，将不凝废气收集引入 1#废气处理系统进行净化处理。

#### 5) 噻唑精制废气。

2-氯-5-氯甲基噻唑产品在噻唑精制蒸馏釜进行精制时会产生废气，主要污染物为二氯乙烷及噻唑等。

反应釜配套两级冷凝器对产生的废气进行冷凝回收后返回精制蒸馏釜，将不凝废气收集引入 1#废气处理系统进行净化处理。

6) 噻唑氯化合成废气。

2-氯-5-氯甲基噻唑在采用硫酰氯进行氯化合成时会产生废气，主要污染物为 HCl、SO<sub>2</sub>、异硫氰酸酯及甲苯等。

该工序废气收集引入 1#废气处理系统，采用“三级水降膜吸收+两级碱液洗涤+ UV 光解+活性炭吸附处理装置”对尾气进行处理，由于尾气含有大量的 HCl，首先进入三级水降膜吸收回收副产 30%盐酸；然后尾气进入两级碱液洗涤塔去除未吸收的酸性废气 HCl 和 SO<sub>2</sub>；碱洗后尾气最后进入 UV 光解+活性炭吸附装置对挥发性有机物进行吸附净化后经一根 30m 高的排气筒达标排放。

7) 盐酸萃取工序废气。

在盐酸萃取釜采用 36%盐酸进行萃取时会产生废气，主要污染物为 HCl 及微量的挥发性有机物。

该工序废气中主要污染物为 HCl，拟将其收集引入 1#废气处理系统，采用“三级水降膜吸收+两级碱液洗涤+ UV 光解+活性炭吸附处理装置”对尾气进行处理，首先进入三级水降膜吸收回收副产 30%盐酸；然后尾气进入两级碱液洗涤塔去除未吸收的 HCl；碱洗后尾气最后进入 UV 光解+活性炭吸附装置对挥发性有机物进行吸附净化后经排气筒达标排放。

7) 车间无组织和原料罐区废气。

本项目噻唑生产车间生产过程会产生无组织废气，主要污染物为 HCl、二氧化硫、甲苯及非甲烷总烃等，采取的环保措施为采用先进的工艺设备，加强生产操作管理，减少无组织逸散。本项目运营期原

料罐区会产生无组织废气，主要污染物为 HCl、甲苯及非甲烷总烃等，采取的环保措施为采用固定顶罐，设置氮封，减少大小呼吸废气排放。

表 1-1 废气产生、治理和排放情况一览表

| 序号 | 污染源类型 | 污染源名称          | 治理设施          | 治理设施数量 | 排放口编号 | 排放口类型 | 排气筒高度 (m) | 排气筒内径 (m) |
|----|-------|----------------|---------------|--------|-------|-------|-----------|-----------|
| 1  | 有组织废气 | 乙撑胺尾气洗涤塔废气排口   | 氨捕集冷凝器+尾气洗涤塔  | 1      | DA001 | 主要排放口 | 30        | 0.5       |
| 2  | 有组织废气 | 甲基胍低压尾气洗涤塔废气排口 | 多级喷淋活性炭处理装置吸附 | 1      | DA002 | 主要排放口 | 15        | 0.08      |
|    |       | 甲基胍高压尾气洗涤塔废气排口 |               |        |       |       |           |           |
| 3  | 有组织废气 | 噻唑尾气洗涤塔废气排口    | 多级喷淋活性炭处理装置吸附 | 1      | DA003 | 主要排放口 | 20        | 0.3       |
| 4  | 有组织废气 | 偏二甲胍高压洗涤塔排口    | 多级喷淋活性炭吸附处理装置 | 1      | DA004 | 主要排放口 | 15        | 0.3       |
|    |       | 偏二甲胍低压洗涤塔排口    |               |        |       |       |           |           |

## 2、废水产生、治理和排放情况

项目主要为生产废水及生活污水

### (1) 生产废水

项目生产废水主要为甲基胍、偏二甲胍、乙撑胺和 2 氯-5 氯-甲基噻唑产生的各类生产废水。

甲基胍、偏二甲胍生产线项目对于脱氨（胺）工序产生的含有氨废水拟用于生产配置氨水；产生的含胺废水送往二甲胺储罐配置 99%

二甲胺溶液，不外排；对于精馏馏出水送往配碱，精馏残液主要碱性较高，污染物为 pH，送往公司南侧现有污水处理站进行处理后排入怀仁县天瑞玉龙污水处理有限公司进行二次处理

2 氯-5 氯-甲基噻唑生产线项目主要废水分别为为中间体酯化一次洗涤废水、中间体酯化二次洗涤废水、甲苯回收工序洗涤废水、噻唑粗品工序分层废水、噻唑粗品周转釜分层废水、碱液洗涤塔废水和真空泵定期排水，主要污染物为 COD、氯化钠、硫氰酸钠、HCl 及硫酸等含酸类污染物等，收集送往公司南侧现有污水处理站进行处理后排入山西玉龙飞供热有限公司作为脱硫废水的补充水。

### (2) 职工日常办公生活污水。

本项目职工办公及生活会产生生活污水，废水产生量为 1065.6m<sup>3</sup>/a，主要污染物为 COD、BOD、NH<sub>3</sub>-N 等，经厂内简易处理后到怀仁县天瑞玉龙污水处理有限公司进行二次处理

山西玉龙化工有限公司厂区内现有一座污水处理站，主要处理公司各生产车间废水，采用“预曝气池+pH 调节池+催化微电解池+芬顿氧化池+中和曝气池+絮凝沉淀池+催化氧化塔+ABR 厌氧塔+SBR 池”污水处理工艺，设计处理规模为 20m<sup>3</sup>/h，目前实际废水处理规模为 10.8m<sup>3</sup>/h，富裕处理能力为 9.2m<sup>3</sup>/h。

### (3) 初期雨水和事故水池

#### ①初期雨水

山西玉龙化工有限公司在现有厂区内设置 1 座 500m<sup>3</sup>初期雨水池，能够满足全厂初期雨水收集要求。



## ②事故废水

根据《化工建设项目环境保护设计规范》(GB50483-2009)和《事故状态下水体污染的预防与控制技术要求》(Q/SY1190-2009)中的相关规定设置应急事故池,主要用于区内发生事故或火灾时,控制、收集和存放污染事故水(包括污染雨水)及污染消防水。

项目罐区根据《储罐区防火堤设计规范》(GB50351-2014)设置防火堤,堤内有效容积大于罐区内最大储罐的容积,在发生事故时可保证泄露物料控制在防火堤内。因而本项目事故废水收集量主要考虑消防废水和事故发生时降雨量。

山西玉龙化工有限公司在现有厂区内,设置1座800m<sup>3</sup>应急事故池,能够满足本工程事故废水收集要求。

## 3、噪声污染源及其防治措施

本项目产噪设备包括风机、各类水泵等,主要为机械振动噪声、空气动力性噪声和物料碰撞噪声,主要噪声设备声压级见表1-2。

表1-2 主要设备声压级一览表 单位: dB(A)

| 设备名称  | 运行台数 | 治理前声压级 | 治理措施          | 治理后声压级 |
|-------|------|--------|---------------|--------|
| 引风机   | 2    | 85     | 消声器、隔声罩、减振基础  | 70     |
| 真空泵   | 10   | 75     | 室内安装、减振基础     | 65     |
| 转料泵   | 10   | 75     | 室内安装,隔声罩,减振基础 | 60     |
| 冷水泵   | 1    | 75     | 室内安装,隔声罩,减振基础 | 60     |
| 酸液泵   | 3    | 75     | 室内安装,隔声罩,减振基础 | 60     |
| 碱液泵   | 4    | 75     | 室内安装,隔声罩,减振基础 | 60     |
| 其他物料泵 | 3    | 75     | 室内安装,隔声罩,减振基础 | 60     |
| 离心通风机 | 3    | 85     | 消声器,隔声罩,减振基础  | 65     |

为降低噪声对周围环境的影响,防止噪声影响职工及周围居民正常的生产、生活。针对本工程生产的特点,本次评价提出本工程噪声的防治措施包括以下几方面:

①对于本工程的生产装置，设计时应尽可能选择辐射较小、振动小的低噪声设备，从源头上控制噪声产生的级别；

②本工程生产装置中含有泵类、风机等产噪设备，对各种产生气流噪声的设备，应在气体进出口部位安装适当的消声器，消声器的选择应注意噪声源的频率特性、设备的工艺要求和使用环境，对具有中、高频特性的风机，应采用阻性消声器，而对于具有低、中频特性的空压机噪声，则宜安装抗性消声器。对循环水泵要采用柔性接头和基础减振等措施，安装减振基座、弹簧减振器等。设备应采用橡胶材料等软性连接，避免用刚性接头；

③除采取以上防治措施外，工程还应充分重视操作人员的劳动保护，为其发放耳塞、耳罩，并设置操作人员值班室，避免操作人员长期处于高噪声环境中，从噪声受体保护方面减轻噪声对操作人员的直接影响；

④重视绿化工作也是噪声防治的一项积极措施。绿化不仅可以美化环境、调节气候，而且还可阻滞噪声传播、吸收尘等污染物，减轻污染。工程应根据当地的气候特点，选取适宜当地生产的树种，种植于高噪声源及厂界四周。

#### 4、固体废物产生、治理和排放情况

项目固体废物主要为异硫氰酸酯粗品精制废液、甲苯蒸馏回收残液、噻唑精制工序残液、废气处理工序定期排放的废活性炭、废包装材料 and 少量的生活垃圾等

##### (1) 异硫氰酸酯粗品精制废液

中间体异硫氰酸酯粗品精制工序产生的釜底蒸馏残液，产生量为 55.31t/a，主要污染物为副反应产生的硫氰酸酯、中间品异硫氰酸酯及其他有机杂质等。根据《固体废物申报登记指南》和《国家危险废物名录》（环境保护部、国家发展和改革委员会令第 39 号，2016 年 8 月 1 日执行），本项目运营期产生的异硫氰酸酯粗品精制废液属于危险废物（HW02，医疗废物），该部分危险废物采用专用的容器收集后在山西玉龙化工有限公司厂区内一座建筑面积为 30m<sup>2</sup>的危险废物暂存库内进行暂存，最后交由有资质的单位进行收集处置。

### （2）甲苯蒸馏回收残液

溶剂甲苯回收工序产生的釜底残液，产生量为 12.56t/a，主要污染物为异硫氰酸酯、甲苯、噻唑及其有机杂质等。根据《固体废物申报登记指南》和《国家危险废物名录》（环境保护部、国家发展和改革委员会令第 39 号，2016 年 8 月 1 日执行），本项目运营期产生的甲苯蒸馏回收残液属于危险废物（HW02，医疗废物），该部分危险废物采用专用的容器收集后在山西玉龙化工有限公司厂区内一座建筑面积为 30m<sup>2</sup>的危险废物暂存库内进行暂存，最后交由有资质的单位进行收集处置。

### （3）噻唑精制工序残液

2-氯-5-氯甲基噻唑精制工序产生的釜底残液，产生量为 95.16t/a，主要污染物为副反应氯代噻唑、产品 2-氯-5-氯甲基噻唑及其他有机杂质等，根据《固体废物申报登记指南》和《国家危险废物名录》（环境保护部、国家发展和改革委员会令第 39 号，2016 年 8

月 1 日执行)，本项目运营期产生的噻唑精制工序残液属于危险废物（HW02，医疗废物），该部分危险废物采用专用的容器收集后在山西玉龙化工有限公司厂区内一座建筑面积为 30m<sup>2</sup> 的危险废物暂存库内进行暂存，最后交由有资质的单位进行收集处置。

#### （4）废气处理工序定期排放的废活性炭

本项目运营期废气治理过程中会产生废活性炭，产生量为 38.7t/a，废活性炭中的主要污染物为 2，3-二氯丙烯、异硫氰酸酯、甲苯、二氯乙烷及噻唑等。根据《固体废物申报登记指南》和《国家危险废物名录》（环境保护部、国家发展和改革委员会令第 39 号，2016 年 8 月 1 日执行），本项目运营期有机废气治理过程中产生的废活性炭属于危险废物（HW06，含废有机溶剂废物），该部分危险废物采用专用的容器收集后在山西玉龙化工有限公司厂区内一座建筑面积为 30m<sup>2</sup> 的危险废物暂存库内进行暂存，最后交由有资质的单位进行收集处置。

#### （5）废包装材料

原料自带的废包装材料，主要污染物为和原料性质一样的有机杂质等，产生量为 2.8t/a，根据《固体废物申报登记指南》和《国家危险废物名录》（环境保护部、国家发展和改革委员会令第 39 号，2016 年 8 月 1 日执行），本项目运营期产生的废包装材料属于危险废物（HW02，医疗废物），该部分危险废物采用专用的容器收集后在山西玉龙化工有限公司厂区内一座建筑面积为 30m<sup>2</sup> 的危险废物暂存库内进行暂存，最后交由有资质的单位进行收集处置。

(6) 厂内职工日常生活、办公等产生的生活垃圾

本项目职工日常生活办公产生的生活垃圾约为 8.33t/a，厂内设生活垃圾临时储存设施，定期由送当地环卫部门指定的地点进行统一处置。

表 1-3 本项目固体废物产生及治理情况

| 序号 | 固废名称              | 产生部位  | 产量 (t/a) | 污染成分                   | 类别      | 治理措施  |
|----|-------------------|-------|----------|------------------------|---------|---|
| 1  | 2-氯丙烯硫代异氰酸酯粗品精制废液 | 中间品精制 | 55.31    | 副反应硫氰酸酯、异硫氰酸酯及残余的有机溶剂等 | 危废 HW02 | 依托玉龙厂区内一座建筑面积为 30m <sup>2</sup> 的危险废物暂存间暂存后由有资质的单位进行收集处置。 |
| 2  | 甲苯蒸馏回收残液          | 甲苯回收  | 12.56    | 噻唑、酯类、甲苯及其他杂质          | 危废 HW02 |   |
| 3  | 噻唑精制工序残液          | 噻唑精制  | 95.16    | 噻唑类及杂质                 | 危废 HW02 |   |
| 4  | 废活性炭              | 废气处理  | 38.7     | 甲苯、2, 3-二氯丙烯及二氯乙烷等     | 危废 HW06 |   |
| 5  | 废包装材料             | 原料包装  | 2.8      | 硫氰酸钠、硫酰氯及 2, 3-二氯丙烯等   | 危废 HW02 |   |
| 6  | 生活垃圾              | 办公区等  | 8.33     | 有机物、无机物                | 一般固废    | 指定地点规范堆存  |

## 5、危险废物和重金属

项目无重金属产生，危险废物主要为异硫氰酸酯粗品精制废液、甲苯蒸馏回收残液、噻唑精制工序残液、废气处理工序定期排放的废活性炭等

### (1) 异硫氰酸酯粗品精制废液

中间体异硫氰酸酯粗品精制工序产生的釜底蒸馏残液，产生量为 55.31t/a，主要污染物为副反应产生的硫氰酸酯、中间品异硫氰酸酯及其他有机杂质等。根据《固体废物申报登记指南》和《国家危险废物名录》（环境保护部、国家发展和改革委员会令 39 号，2016 年 8 月 1 日执行），本项目运营期产生的异硫氰酸酯粗品精制废液属于危

险废物（HW02，医疗废物），该部分危险废物采用专用的容器收集后在山西玉龙化工有限公司厂区内一座建筑面积为 30m<sup>2</sup> 的危险废物暂存库内进行暂存，最后交由有资质的单位进行收集处置。

#### （2）甲苯蒸馏回收残液

溶剂甲苯回收工序产生的釜底残液，产生量为 12.56t/a，主要污染物为异硫氰酸酯、甲苯、噻唑及其有机杂质等。根据《固体废物申报登记指南》和《国家危险废物名录》（环境保护部、国家发展和改革委员会令第 39 号，2016 年 8 月 1 日执行），本项目运营期产生的甲苯蒸馏回收残液属于危险废物（HW02，医疗废物），该部分危险废物采用专用的容器收集后在山西玉龙化工有限公司厂区内一座建筑面积为 30m<sup>2</sup> 的危险废物暂存库内进行暂存，最后交由有资质的单位进行收集处置。

#### （3）噻唑精制工序残液

2-氯-5-氯甲基噻唑精制工序产生的釜底残液，产生量为 95.16t/a，主要污染物为副反应氯代噻唑、产品 2-氯-5-氯甲基噻唑及其他有机杂质等，根据《固体废物申报登记指南》和《国家危险废物名录》（环境保护部、国家发展和改革委员会令第 39 号，2016 年 8 月 1 日执行），本项目运营期产生的噻唑精制工序残液属于危险废物（HW02，医疗废物），该部分危险废物采用专用的容器收集后在山西玉龙化工有限公司厂区内一座建筑面积为 30m<sup>2</sup> 的危险废物暂存库内进行暂存，最后交由有资质的单位进行收集处置。

#### （4）废气处理工序定期排放的废活性炭

本项目运营期废气治理过程中会产生废活性炭，产生量为38.7t/a，废活性炭中的主要污染物为2，3-二氯丙烯、异硫氰酸酯、甲苯、二氯乙烷及噻唑等。根据《固体废物申报登记指南》和《国家危险废物名录》(环境保护部、国家发展和改革委员会令第39号，2016年8月1日执行)，本项目运营期有机废气治理过程中产生的废活性炭属于危险废物(HW06，含废有机溶剂废物)，该部分危险废物采用专用的容器收集后在山西玉龙化工有限公司厂区内一座建筑面积为30m<sup>2</sup>的危险废物暂存库内进行暂存，最后交由有资质的单位进行收集处置。

表 1-4 本项目危险废物产生及治理情况

| 序号 | 固废名称              | 产生部位  | 产量<br>(t/a) | 污染成分                   | 类别         | 治理措施   |
|----|-------------------|-------|-------------|------------------------|------------|--|
| 1  | 2-氯丙烯硫代异氰酸酯粗品精制废液 | 中间品精制 | 55.31       | 副反应硫氰酸酯、异硫氰酸酯及残余的有机溶剂等 | 危废<br>HW02 | 依托玉龙厂区内一座建筑面积为30m <sup>2</sup> 的危险废物暂存间暂存后由有资质的单位进行收集处置。 |
| 2  | 甲苯蒸馏回收残液          | 甲苯回收  | 12.56       | 噻唑、酯类、甲苯及其他杂质          | 危废<br>HW02 |  |
| 3  | 噻唑精制工序残液          | 噻唑精制  | 95.16       | 噻唑类及杂质                 | 危废<br>HW02 |  |
| 4  | 废活性炭              | 废气处理  | 38.7        | 甲苯、2，3-二氯丙烯及二氯乙烷等      | 危废<br>HW06 |  |

## 6、项目变更情况

本项目没有发生变更

## 二、排污单位自行监测开展情况简介

### (一) 编制依据

依据《朔州市 2021 年重点排污单位名录》，本单位为 VOCs 重点排污单位，依据《固定污染源排污许可分类管理名录》(2019 年版)，本单位为重点管理单位。

### (二) 监测手段和开展方式

为认真履行企业自行监测的职责，我单位采取的自行监测手段为自动监测+手工监测，其中废水排口 COD、氨氮为自动监测，其余为手工监测，手工开展方式为委托监测。

委托监测项目为有机废气排口，厂界无组织废气以及厂界噪声的监测。

### （三）在线自动监测情况

公司废水主要排放口均已安装自动监测设备，在线设备均已验收并与生态环境主管部门联网。废气主要排放口自动监测设备尚未验收，正在安装调试。

表 2-1 自动在线监测设备一览表

| 序号 | 监测点位             | 监测项目 | 监测设备名称、型号                | 设备厂家           | 是否联网 | 是否验收 | 运营商 |
|----|------------------|------|--------------------------|----------------|------|------|-----|
| 1  | 废水排口             | 流量   | 流量在线分析仪                  | 中绿环保科技股份有限公司   | 是    | 是    | /   |
|    |                  | COD  | COD 在线分析仪                | 中绿环保科技股份有限公司   | 是    | 是    | /   |
|    |                  | 氨氮   | 氨氮在线分析仪                  | 中绿环保科技股份有限公司   | 是    | 是    | /   |
| 2  | 甲基肼高低压尾气洗涤塔废气排放口 | VOC  | 烟气挥发性有机物在线监测系统 CEMS-2000 | 聚光科技（杭州）股份有限公司 | 否    | 否    | /   |
| 3  | 噻唑废气排口           |      | 烟气挥发性有机物在线监测系统 CEMS-2000 | 聚光科技（杭州）股份有限公司 | 否    | 否    | /   |
| 4  | 偏二甲肼高低压废气排口      |      | 烟气挥发性有机物在线监测系统 CEMS-2000 | 聚光科技（杭州）股份有限公司 | 否    | 否    | /   |

### （四）实验室建设情况

我单位自行监测委托通过山西省检验检测机构资质认定的第三方监测机构进行，不设置承担监测的实验室。

## 三、手工监测内容



## （一）废气监测

### 1、废气监测内容

废气主要来源于生产环节的有机废气等，共计 4 个有组织排放口，均为主要排放口。监测点位、监测项目及监测频次见表 3-1。

表 3-1 废气污染源监测内容一览表

| 序号 | 污染源类型 | 污染源名称            | 监测点位         | 监测项目                       | 手工监测频次 | 手工监测采样方法及个数  | 测试要求                                   | 排放方式和排放去向 |
|----|-------|------------------|--------------|----------------------------|--------|--------------|--|-----------|
| 1  | 固定源废气 | 乙撑胺尾气洗涤塔工艺废气排口   | 排气筒上         | 非甲烷总烃                      | 1 次/季  | 非连续采样 至少 3 个 | 同期监测烟气流速、烟气温度、烟气压力、烟气含湿量、烟道截面积，记录生产负荷等 | 集中排放，大气   |
|    |       |                  |              | 氨（氨气）                      | 1 次/年  |              |  |           |
|    |       |                  |              | 二甲苯                        | 1 次/季  |              |  |           |
| 2  | 固定源废气 | 甲基肼高低压尾气洗涤塔废气排放口 | 排气筒上         | 非甲烷总烃                      | 1 次/季  | 非连续采样 至少 3 个 |  |           |
|    |       |                  |              | 氨（氨气）                      | 1 次/年  |              |  |           |
| 3  | 固定源废气 | 噻唑废气排口           | 排气筒上         | 氯化氢                        | 1 次/年  | 非连续采样 至少 3 个 |  |           |
|    |       |                  |              | 二氧化硫                       | 1 次/年  |              |  |           |
|    |       |                  |              | 苯                          | 1 次/季  |              |  |           |
|    |       |                  |              | 甲苯                         | 1 次/季  |              |  |           |
|    |       |                  |              | 二甲苯                        | 1 次/季  |              |  |           |
|    |       |                  |              | 非甲烷总烃                      | 1 次/季  |              |  |           |
| 4  | 固定源废气 | 偏二甲肼高低压废气排口      | 排气筒上         | 非甲烷总烃                      | 1 次/季  | 非连续采样 至少 3 个 |  |           |
|    |       |                  |              | 氨（氨气）                      | 1 次/年  |              |  |           |
| 5  | 无组织废气 | /                | 厂界下风向 4 个监控点 | 非甲烷总烃、氨、颗粒物、二甲苯、臭气浓度、苯、氯化氢 | 1 次/半年 | 每次至少 4 个样    | 同期监测温度、气压、风速、风向，记录生产负荷                 | 无组织排放，大气  |

## 2、废气监测点位示意图

### (1) 有组织排放监测

本项目共有 4 个大气有组织排放口，按照《固定源废气监测技术规范》（HJ/T397-2007）、《大气污染物无组织排放监测技术导则》（HJ/T 55-2000）和《固定污染源监测质量保证与质量控制技术规范》（HJ/T373-2007）中的要求进行。有组织废气监测布点见图 3-1 到 3-4。

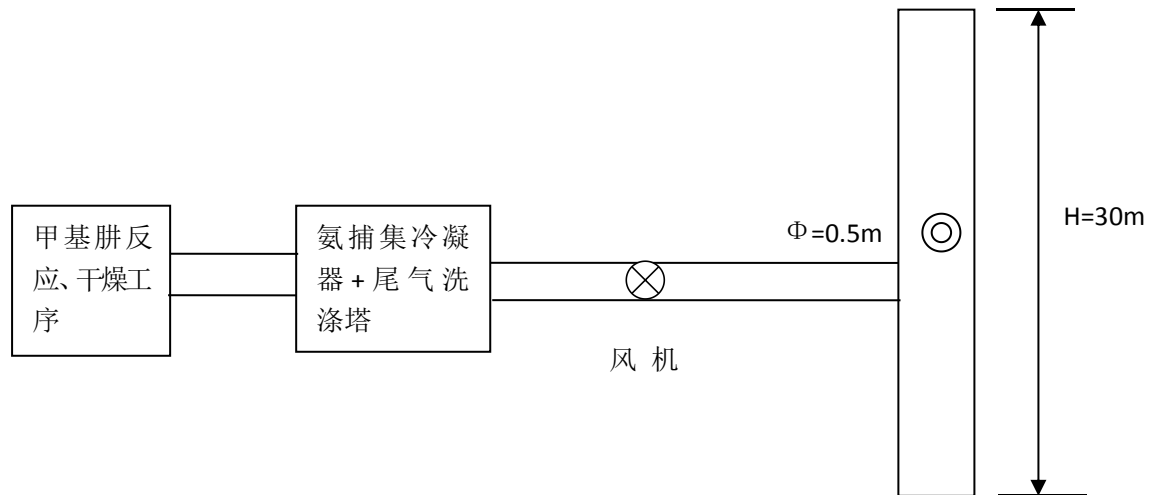


图 3-1 尾气洗涤塔废气排口监测点位示意图

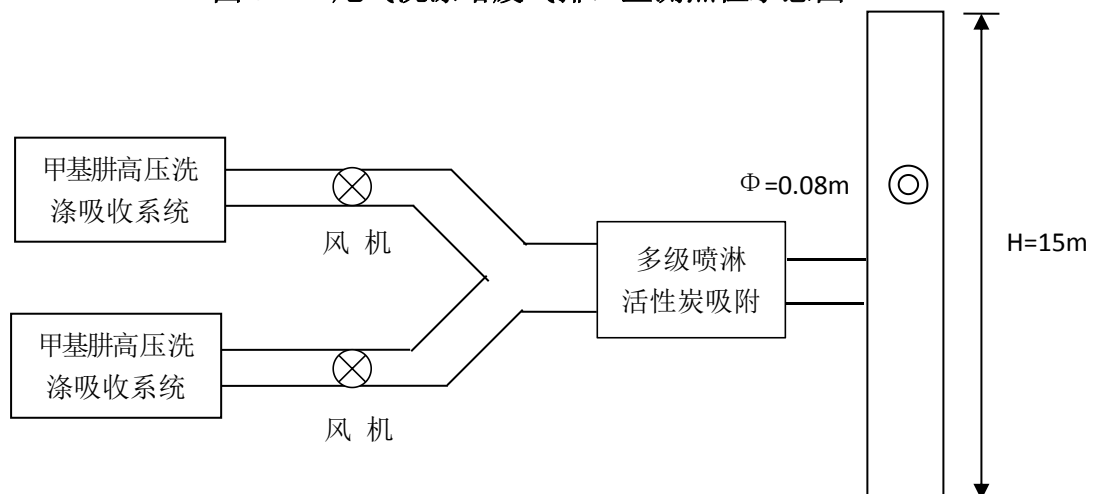


图 3-2 甲基胂高低压洗涤吸收排口监测点位示意图

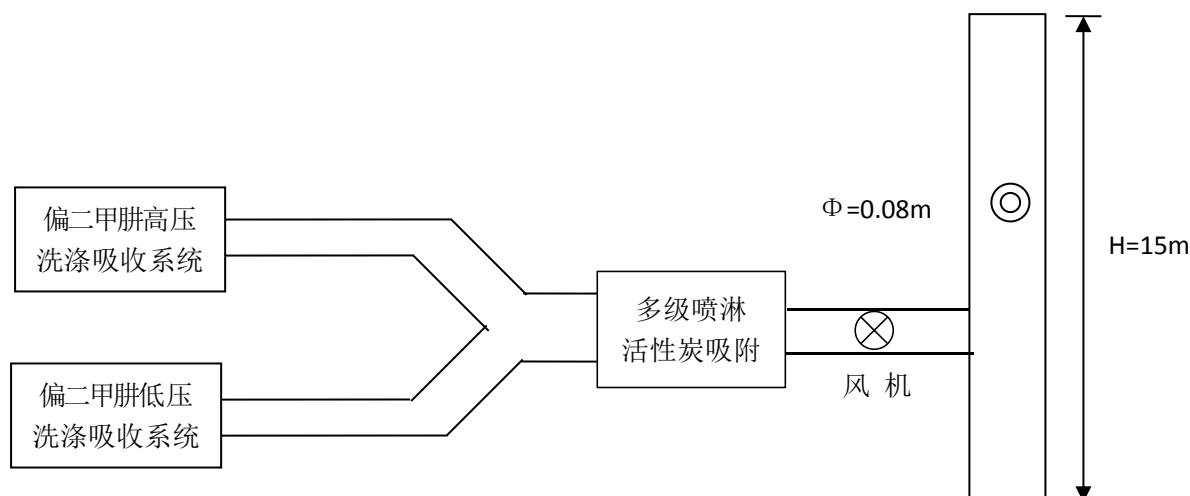


图 3-3 偏二甲肼高低压洗涤吸收排口监测点位示意图

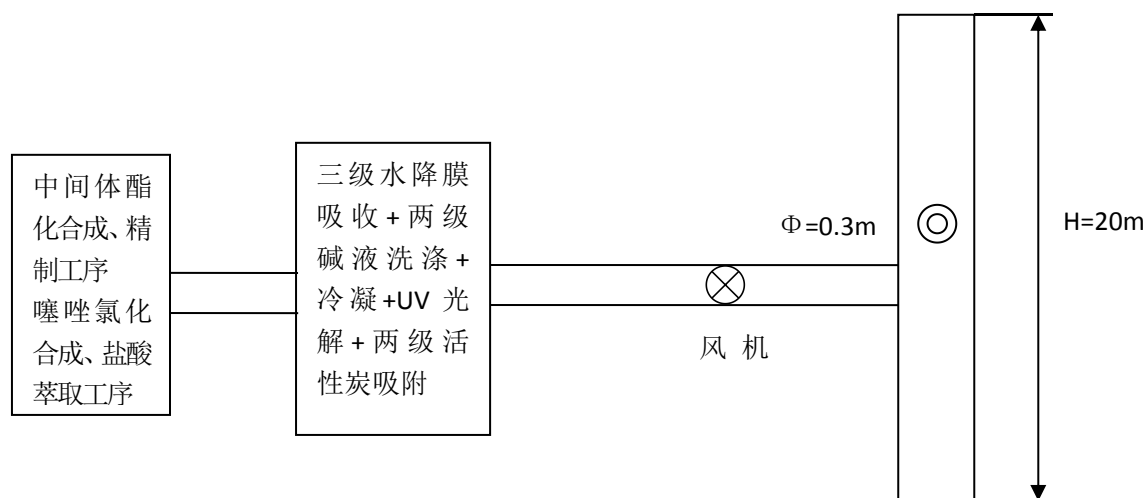


图 3-4 噻唑有机废气排口监测点位示意图

## (2) 无组织排放监测点位

本项目厂界无组织监测按照《大气污染物综合排放标准》(GB16297-1996)及《制药工业大气污染物排放标准》(GB37823-2019) 布设，即厂界外 20m 处下风向设监控点。

厂界挥发性有机物、氨、颗粒物、臭气浓度、二甲苯、氯化氢无组织监测布点见图 3-5。

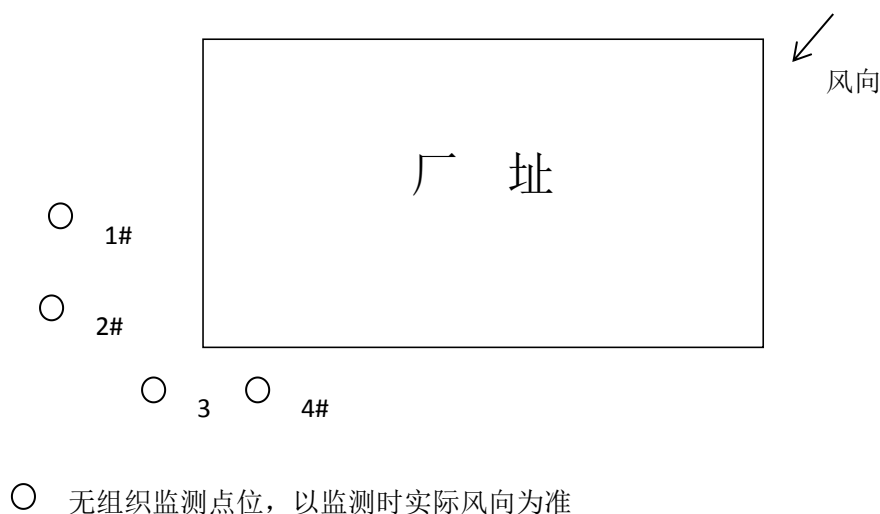


图3-5 无组织废气监测点位示意图

### 3、废气监测方法及使用仪器

废气污染物监测方法及使用仪器情况见表 3-2。

表 3-2 废气污染物监测方法及使用仪器一览表

| 序号 | 监测类别  | 监测项目     | 采样方法及依据  | 样品保存方法                         | 分析方法及依据  | 检出限 (mg/m <sup>3</sup> ) | 仪器设备名称和型号                | 备注              |
|----|-------|----------|--|--------------------------------|--|--------------------------|--------------------------|-----------------|
| 1  | 有组织废气 | 苯、甲苯、二甲苯 | 环境空气 苯系物的测定 活性炭吸附/二硫化碳解吸-气相色谱法 HJ 584-2010       | 避光保存，尽快分析。4℃冷藏保存               | 环境空气 苯系物的测定 活性炭吸附/二硫化碳解吸-气相色谱法 HJ 584-2010       | 1.5×10 <sup>-3</sup>     | 大气综合采样器<br>气相色谱仪 7890B   | 以委托监测报告中方法、仪器为准 |
| 2  |       | 二氧化硫     | 固定污染源排气中二氧化硫的测定 定电位电解法 HJ 57-2017                | 现场读数                           | 固定污染源排气中二氧化硫的测定 定电位电解法 HJ 57-2017                | 3                        | ZR3260\崂应 3012H 自动烟尘器测试仪 |                 |
| 3  |       | 氯化氢      | 固定污染源废气 氯化氢的测定 硝酸银容量法 HJ 548-2016 代替 HJ 548-2009 | 样品密封后置于冰箱 3~5℃保存，保存期不超过 48 小时。 | 固定污染源废气 氯化氢的测定 硝酸银容量法 HJ 548-2016 代替 HJ 548-2009 | 2.0                      | 烟气采样器                    |                 |

| 序号 | 监测类别  | 监测项目   | 采样方法及依据                           | 样品保存方法                          | 分析方法及依据   | 检出限 (mg/m <sup>3</sup> ) | 仪器设备名称和型号                                  | 备注              |
|----|-------|--------|-----------------------------------|---------------------------------|---|--------------------------|--|-----------------|
| 4  |       | 氨 (氨气) | 空气和废气 氨的测定 纳氏试剂分光光度法 HJ 533-20097 | 2-5℃ 保存                         | 空气和废气 氨的测定 纳氏试剂分光光度法 HJ 533-2009                | 0.01                     | 紫外分光光度计 752 型                              |                 |
| 5  |       | 非甲烷总烃  | 固定源废气 监测技术规范 HJ/T 397-2007        | 样品避光保存, 尽快分析, 一般放置时间不超过 12 小时   | 固定污染源废气 总烃、甲烷和非甲烷总烃的测定 气相色谱法 HJ 38-2017         | 0.04                     | 针管 气相色谱仪 SP-8000                           |                 |
| 6  |       | 臭气浓度   |                                   | 采样袋, 避光保存                       | 空气质量 恶臭的测定 三点比较式臭袋法 GB T 14675-1993             | -                        | 采样袋  |                 |
| 7  |       | 氨      |                                   | 2-5℃ 保存                         | 空气和废气 氨的测定 纳氏试剂分光光度法 HJ 533-2009                | 0.01                     | 紫外分光光度计 752 型                              | 以委托监测报告中方法、仪器为准 |
| 8  | 无组织废气 | 非甲烷总烃  | 大气无组织排放监测技术导则 HJ/T 55-2000        | 样品避光保存, 尽快分析, 一般放置时间不超过 12 小时   | 环境空气 总烃、甲烷和非甲烷总烃的测定 直接进样-气相色谱法 HJ 604-2017      | 0.04                     | 针管 气相色谱仪 SP-8000                           |                 |
| 9  |       | 氯化氢    |                                   | 样品密封后置于冰箱 3~5℃ 保存, 保存期不超过 48 小时 | 环境空气和废气 氯化氢的测定 离子色谱法 HJ 549-2016 代替 HJ 549-2009 | 1L/min                   | 大气综合采样器 空气: 0.3um 微孔滤膜 引气管、滤膜夹 10ml 吸收液 串联 |                 |
| 10 |       | 二甲苯    |                                   | 避光保存, 尽快分析。4℃ 冷藏保存              | 环境空气 苯系物的测定 活性炭吸附/二硫化碳解吸-气相色谱法 HJ 584-2010      | 1.5×10 <sup>-3</sup>     | 大气综合采样器 气相色谱仪 7890B                        |                 |

## (二) 废水监测

山西玉龙化工有限公司厂区内现有一座污水处理站, 主要处理公

司各生产车间废水，采用“预曝气池+pH调节池+催化微电解池+芬顿氧化池+中和曝气池+絮凝沉淀池+催化氧化塔+ABR厌氧塔+SBR池”污水处理工艺，设计处理规模为20m<sup>3</sup>/h，生产废水处理达标回用于山西玉龙飞供热有限公司脱硫除尘补充水。生活污水经简易处理后由怀仁县天瑞玉龙污水处理有限公司

废水监测点位、监测项目及监测频次见表3-3。

表3-3 废水污染源监测内容一览表

| 序号 | 污染源类型 | 监测点位    | 监测项目                             | 监测频次     | 样品个数        | 排放方式和排放去向               |
|----|-------|---------|----------------------------------|----------|-------------|-------------------------|
| 1  | 生活污水  | 污水处理站出口 | 氨氮                               | 在线监测故障时  | 非连续<br>采样4个 | 排入怀仁县天瑞玉龙污水处理有限公司进行二次处理 |
|    |       |         | 化学需氧量                            | 采用手工监测，1 |             |                         |
|    |       |         | pH值                              | 次/6小时    |             |                         |
|    |       |         | 总磷                               | 1次/月     |             |                         |
|    |       |         | 五日生化需氧量、挥发酚、总氰化物、悬浮物、色度、石油类、总有机碳 | 1次/季度    |             |                         |
|    |       |         | 总锰、动植物油、可吸附有机卤化物、硫化物、氟化物         | 1次/半年    |             |                         |

## 2、监测点位示意图

废水监测点位具体见图3-6。

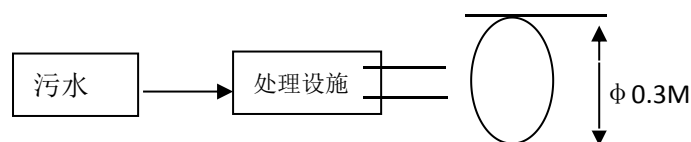


图3-6 废水监测点位示意图

## 3、废水监测方法及使用仪器

废水污染物分析方法及使用仪器情况见表3-4。

表 3-4 废水污染物监测方法及使用仪器一览表

| 序号 | 分析项目                     | 采样方法及依据                 | 样品保存方法                                    | 分析及依据  | 检出限 (mg/L) | 仪器设备名称和型号         | 备注                 |
|----|--------------------------|-------------------------|---|--|------------|-------------------|--------------------|
| 1  | pH 值                     | 污水监测技术规范 HJ/T 91.1-2019 | 现场测定                                      | 水质 pH 值的测定 玻璃电极法 GB 6920-1986                        | -          | 酸度计 (pH 计) PHS-3C | 以委托监测单位监测方法、仪器设备为准 |
| 2  | 氨氮 (NH <sub>3</sub> -N)  |                         | 用 H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 酸化, PH≤2 | 水质 氨氮的测定 纳氏试剂分光光度法 HJ 535-2009                       | 0.02       | 可见分光光度计 722       |                    |
| 3  | 化学需氧量                    |                         | 用 H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 酸化, pH≤2 | 水质 化学需氧量的测定 重铬酸盐法 HJ 828-2017                        | 4          | 酸式滴定管             |                    |
| 4  | 五日生化需氧量                  |                         | -20℃ 冷冻                                   | 水质 五日生化需氧量 (BOD <sub>5</sub> ) 的测定 稀释与接种法 HJ505-2009 | 0.5        | 生化培养箱 SHP-150     |                    |
| 5  | 悬浮物                      |                         | 1~5℃ 暗处                                   | 水质 悬浮物的测定 重量法 GB 11901-1989                          | 4          | 分析天平 AUY220D      |                    |
| 6  | 色度                       |                         | 原样  | 水质 色度的测定 GB 11903-89                                 |            | 可见分光光度计 722       |                    |
| 7  | 总有机碳                     |                         | 用 H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 酸化, pH≤2 | 水质 总有机碳的测定 燃烧氧化—非分散红外吸收法 (HJ 501-2009 )              | 0.5        | 非分散红外吸收仪          |                    |
| 8  | 总锰                       |                         | PH≤2                                      | 水质 铁、锰的测定 火焰原子吸收分光光度法 (GB 11911-89)                  | 0.01       | 火焰原子吸收分光光度仪       |                    |
| 9  | 总磷 (以 P 计)               |                         | 加入 1ml 硫酸调节 pH 使之低于或低于 1, 或不加任何试剂于冷处保存    | GB11893-1989 钼酸铵分光光度法                                | 0.01mg/L   | V-1100D 型可见分光光度计  |                    |
| 10 | 氟化物 (以 F <sup>-</sup> 计) |                         | 原样  | 水质 氟化物的测定 离子选择电极法 GB 7484-87                         | 0.05       | 离子选择电极            |                    |
| 11 | 硫化物                      |                         | 加乙酸锌                                      | 水质 硫化物的测   | 0.005      | 可见分光光             |                    |



|    |          |  |            |                                       |          |             |
|----|----------|--|------------|---------------------------------------|----------|-------------|
|    |          |  | 与乙酸钠溶液     | 定 亚甲基蓝分光光度法 GB/T 16489-1996           |          | 度计 722      |
| 12 | 石油类      |  | 加盐酸, pH <2 | 《水质 石油类和动植物油类的测定 红外分光光度法》(GB637-2018) | 0.06mg/L | 红外测油仪       |
| 13 | 动植物油     |  | 加盐酸, pH <2 | 《水质 石油类和动植物油类的测定 红外分光光度法》(GB637-2018) | 0.06mg/L | 红外测油仪       |
| 14 | 挥发酚      |  |            | 水质 挥发酚的测定 4-氨基安替比林分光光度法 HJ 503-2009   | 0.004    | 可见分光光度计 722 |
| 15 | 可吸附有机卤化物 |  |            | 水质 可吸附有机卤素(AOX)的测定 离子色谱法 HJ/T 83-2001 | 0.015    | 离子色谱仪       |
| 16 | 流量       |  | --         | 流速仪式法                                 | 0.10m/s  | 流速仪         |

### (三) 厂界噪声监测

#### 1、厂界噪声监测内容

厂界噪声监测内容见表 3-5。

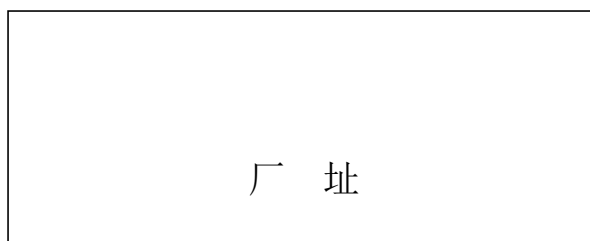
表 3-5 厂界噪声监测内容一览表

| 点位布设       | 监测项目     | 监测频次                 | 监测依据                           | 仪器设备名称和型号      | 备注                 |
|------------|----------|----------------------|--------------------------------|----------------|--------------------|
| 厂界四周共 4 个点 | $L_{eq}$ | 1 次/季度, 1 天/次, 昼夜各一次 | 《工业企业厂界环境噪声排放标准》(GB12348-2008) | 多功能声级计 AWA5680 | 以委托监测单位监测方法、仪器设备为准 |

#### 2、监测点位示意图

厂界噪声监测布点为厂界四周, 厂界四周各设 1 个点, 共 4 个监测点位, 具体见图 3-7。

1# ▲



4# ▲

▲ 2#

▲ 噪声监测点位

▲ 3#

图3-7 噪声监测点位示意图

(四) 排污单位周边环境质量监测

根据环评报告要求，企业周边环境质量监测需对诺成制药现状监测水井、玉龙化工厂区监测井、下寨水井进行监测。

1、监测点位、监测项目、监测频次

表 3-6 监测点位、指标、频次一览表

| 监测类别 | 监测点位                      | 监测项目   | 监测频次          |
|------|---------------------------|--|---------------|
| 地下水  | 诺成制药现状监测水井、玉龙化工厂区监测井、下寨水井 | pH、氨氮、硝酸盐、亚硝酸盐、挥发酚、氰化物、砷、汞、铬（六价）、总硬度、铅、氟、镉、铁、锰、溶解性总固体、（高锰酸钾指数）耗氧量、硫酸盐、氯化物、总大肠菌群、菌落总数 | 每年监测两次，每次 1 天 |

2、采样方法及分析方法

地下水监测采样方法及分析方法见表 3-7。

表 3-7 排污单位周边环境质量监测分析方法及使用仪器一览表

| 监测类别 | 监测项目 | 采样方法依据                    | 样品保存方法   | 分析及依据                        | 检出限      | 监测仪器名称和型号 | 备注      |
|------|------|---------------------------|--|------------------------------|----------|-----------|---------|
| 地下水  | pH   | 地下水环境监测技术规范 HJ/T 164-2004 | 4℃   | 玻璃电极法<br>GB/T5750.4-2006     | /        | pH 计      | 以委托监测报告 |
|      | 氨氮   |                           | 用 H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 酸化，pH1~2，1~5℃ | 纳氏试剂分光光度法<br>GB/T5750.5-2006 | 0.02mg/L | 紫外可见分光光度计 |         |
|      | 硝酸   |                           | 1~5℃ 保存  | 紫外分光光度法<br>GB/T5750.5-2006   | 0.2 mg/L | 离子色谱仪     |         |

| 监测类别 | 监测项目   | 采样方法依据 | 样品保存方法                              | 分析方法及依据                                | 检出限        | 监测仪器名称和型号       | 备注 |
|------|--------|--------|-------------------------------------|--|------------|-----------------|----|
|      | 盐氮     |        |                                     |  |            |                 | 为准 |
|      | 亚硝酸盐氮  |        | 原样保存                                | 重氮偶合分光光度法<br>GB/T5750.5-2006           | 0.001 mg/L | 紫外可见分光光度计       |    |
|      | 挥发酚    |        | 加 NaOH 至 pH >12; 4℃ 保存              | 4-氨基安替吡啉三氯甲烷萃取分光光度法<br>GB/T5750.4-2006 | 0.002 mg/L | 紫外可见分光光度计       |    |
|      | 氰化物    |        | 加 NaOH 到 pH ≥9<br>1—5℃ 冷藏           | 异烟酸—吡唑啉酮分光光度法<br>GB/T5750.5-2006       | 0.002 mg/L | 紫外可见分光光度计       |    |
|      | 六价铬    |        | 原样保存                                | 二苯碳酰二肼分光光度法<br>GB/T5750.6-2006         | 0.004 mg/L | 紫外可见分光光度计       |    |
|      | 总硬度    |        | 1 L 水样中加浓 HNO <sub>3</sub> 10 ml 酸化 | 乙二胺四乙酸二钠滴定法<br>GB/T5750.4-2006         | 1.0 mg/L   | 滴定管             |    |
|      | 氟化物    |        | 原样保存                                | 离子选择电极法<br>GB/T5750.5-2006             | 0.2 mg/L   | 离子色谱仪           |    |
|      | 溶解性总固体 |        | 1—5℃ 冷藏                             | 称量法<br>GB/T5750.4-2006                 | /          | 电热鼓风干燥箱<br>分析天平 |    |
|      | 耗氧量    |        | 1—5℃ 暗处冷藏                           | 酸性高锰酸钾滴定法<br>GB/T5750.7-2006           | 0.05 mg/L  | 滴定管             |    |
|      | 硫酸盐    |        | 原样保存                                | 铬酸钡分光光度法（热法）<br>GB/T5750.5-2006        | 5 mg/L     | 离子色谱仪           |    |

| 监测类别 | 监测项目  | 采样方法依据                          | 样品保存方法  | 分析方法及依据                         | 检出限       | 监测仪器名称和型号  | 备注        |
|------|-------|---------------------------------|---|---------------------------------|-----------|------------|-----------|
| 地下水  | 氯化物   | 地下水环境监测技术规范<br>HJ/T<br>164-2004 | 原样保存  | 硝酸银容量法<br>GB/T5750.5-2006       | 1.0 mg/L  | 离子色谱仪      | 以委托监测报告为准 |
|      | 砷     |                                 | 1 L 水样中加浓 HNO <sub>3</sub> 10 ml (DDTC 法, HCl 2 ml)             | 氢化物原子荧光法<br>GB/T5750.6-2006     | 0.3 μg/L  | 原子荧光光谱仪    |           |
|      | 汞     |                                 | 硝酸-重铬酸盐   | 原子荧光光度法<br>GB/T5750.6-2006      | 0.04 μg/L | 原子荧光光谱仪    |           |
|      | 铁     |                                 | 加硫酸-硫酸铵   | 火焰原子吸收分光光度法<br>GB/T5750.6-2006  | 0.03 mg/L | 火焰原子吸收光谱仪  |           |
|      | 锰     |                                 | 1 L 水样中加浓 HNO <sub>3</sub> 10 ml 酸化                             | 火焰原子吸收分光光度法<br>GB/T5750.6-2006  | 0.01 mg/L | 火焰原子吸收光谱仪  |           |
|      | 铅     |                                 | HNO <sub>3</sub> , 1%, 如水样为中性, 1 L 水样中加浓 HNO <sub>3</sub> 10 ml | 无火焰原子吸收分光光度法<br>GB/T5750.6-2006 | 2.5 μg/L  | 石墨炉原子吸收光谱仪 |           |
|      | 镉     |                                 | 1 L 水样中加浓 HNO <sub>3</sub> 10 ml 酸化                             | 无火焰原子吸收分光光度法<br>GB/T5750.6-2006 | 0.5 μg/L  | 石墨炉原子吸收光谱仪 |           |
|      | 总大肠菌群 |                                 | 1—5℃冷藏  | 滤膜法<br>GB/T5750.12-2006         | /         | 电热恒温培养箱    |           |
|      | 菌落总数  |                                 | 1—5℃冷藏  | 平皿计数法<br>GB/T5750.12-2006       | /         | 电热恒温培养箱    |           |

## (五) 手工监测质量保证

(1) 机构和人员要求：接受委托的监测机构必须通过山西省检

验检测资质认定并在有效期内，环境监测人员持证上岗。

(2) 监测分析方法要求：采用国家标准方法、行业标准方法。

(3) 仪器要求：所有监测仪器、量具均经过质检部门检定合格并在有效期内使用，按规范定期校准。

(4) 废气监测要求：按照《固定源废气监测技术规范》(HJ/T397-2007)、《固定污染源监测质量保证与质量控制技术规范》(HJ/T373-2007)和《大气污染物无组织排放监测技术导则》(HJ/T55-2000)等相关标准及规范的要求进行，按规范要求每次监测增加空白样、平行样、加标回收或质控样等质控措施。

(5) 水质监测要求：水样的采集、运输、保存、实验室分析和数据处理按照《地下水环境监测技术规范》(HJ/T164-2004)的要求进行，按规范要求每次监测增加空白样、平行样、加标回收或质控样等质控措施。

(6) 噪声监测要求：布点、测量、气象条件按照《工业企业厂界环境噪声排放标准》(GB12348-2008)中的要求进行，声级计在测量前、后必须在测量现场进行声学校准。

(7) 记录报告要求：现场监测和实验室分析原始记录应详细、准确、不得随意涂改。监测数据和报告经“三校”“三审”。

#### 四、自动监测方案

按照《排污单位自行监测技术指南 化学合成类制药工业》(HJ 883-2017)、《排污单位自行监测技术指南 农药制造工业》(HJ 987—2018)中规定，我公司在废水排放口需要自动监测的项目。

##### (一) 自动监测内容

自动监测内容见表 4-1。

表 4-1 自动监测内容一览表

| 序号 | 自动监测类别 | 监测项目 | 安装位置                     | 监测频次       | 联网情况 | 是否验收 |
|----|--------|------|--------------------------|------------|------|------|
| 1  | 污水总排口  | 流量   | 总排口                      | 全天<br>连续监测 | 是    | 是    |
| 2  |        | COD  |                          |            | 是    | 是    |
| 3  |        | 氨氮   |                          |            | 是    | 是    |
| 4  | 废气总排口  | VOC  | 甲基肼高低压<br>尾气洗涤塔废<br>气排放口 |            | 否    | 否    |
| 5  |        |      | 噻唑废气排口                   |            | 否    | 否    |
| 6  |        |      | 偏二甲肼高低<br>压废气排口          |            | 否    | 否    |

## (二) 自动监测质量保证

1、运维要求：由运维商负责运行和维护。

2、废水污染物自动监测要求：按照《水污染源在线监测系统（CODCr、NH<sub>3</sub>-N 等）安装技术规范》（HJ 353-2019）和《水污染源在线监测系统（CODCr、NH<sub>3</sub>-N 等）运行技术规范》（HJ 355-2019）对自动监测设备进行校准与维护。废气自动监测要求：依据相关技术规范对自动监测设备进行校准与维护。

3、记录要求：自动监测设备运维记录、各类原始记录内容应完整并有相关人员签字，保存三年。

## 五、执行标准

各类污染物排放执行标准见表5-1。

表 5-1 污染物排放执行标准

| 污染源类型 | 序号 | 污染源名称 | 标准名称 | 监测项目 | 浓度限值<br>(mg/m <sup>3</sup> ) | 排放速率<br>(kg/h) | 确定依据 |
|-------|----|-------|------|------|------------------------------|----------------|------|
|-------|----|-------|------|------|------------------------------|----------------|------|

|                                 |           |                              |  |                             |           |     |                            |
|---------------------------------|-----------|------------------------------|--|-----------------------------|-----------|-----|----------------------------|
| 固定源<br>废气                       | 1         | 乙撑胺尾<br>气洗涤塔<br>工艺废气<br>排口   | 制药工业大气污染物排放<br>标准 GB37823—2019 中特<br>别排放限值     | 非甲烷总烃                       | 60        | /   | 排<br>污<br>许<br>可<br>标<br>准 |
|                                 |           |                              |  | 氨（氨气）                       | 20        | /   |                            |
|                                 |           |                              |  | 苯系物（二<br>甲苯）                | 40        | /   |                            |
|                                 | 2         | 甲基肼高<br>低压尾气<br>洗涤塔废<br>气排放口 | 制药工业大气污染物排放<br>标准 GB37823—2019                 | 非甲烷总烃                       | 60        | /   |                            |
|                                 |           |                              |  | 氨（氨气）                       | 20        | /   |                            |
|                                 | 3         | 噻唑废气<br>排放口                  | 制药工业大气污染物排放<br>标准 GB37823—2019                 | 非甲烷总烃                       | 60        | /   |                            |
|                                 |           |                              |  | 苯系物<br>（苯、甲苯<br>二甲苯）        | 40        | /   |                            |
|                                 |           |                              |  | 氯化氢                         | 30        | /   |                            |
|                                 |           |                              | 大气污染物综合排放标准<br>GB16297-1996                    | 二氧化硫                        | 550       | 4.3 |                            |
|                                 | 4         | 偏二甲<br>肼高低<br>压废气<br>排口      | 制药工业大气污染物排放<br>标准 GB37823—2019                 | 非甲烷总烃                       | 60        | /   |                            |
|                                 |           |                              |  | 氨（氨气）                       | 20        | /   |                            |
|                                 | 无组织<br>废气 | 1                            | 厂界   | 大气污染物综合排放标准<br>GB16297-1996 | 颗粒物       | 1.0 |                            |
| 二甲苯                             |           |                              |  |                             | 1.2       | /   |                            |
| 制药工业大气污染物排放<br>标准（GB37823-2019） |           |                              |  | 非甲烷总烃                       | 4.0       | /   |                            |
|                                 |           |                              |  | 苯                           | 0.40      | /   |                            |
|                                 |           |                              |  | 氯化氢                         | 0.2       | /   |                            |
| 恶臭污染物排放标准 GB<br>14554-93        |           |                              |  | 臭气浓度                        | 20 无量纲    | /   |                            |
| 氨                               | 1.5       | /                            |  |                             |           |     |                            |
| 厂界噪<br>声                        | 1         | 厂界<br>1-4#点                  | 《工业企业厂界环境噪声<br>排放标准》<br>（GB12348-2008）二级标<br>准 | 昼间                          | 60dB(A)   | /   | 环<br>评<br>标<br>准           |
|                                 |           |                              |  | 夜间                          | 50 dB(A)  | /   |                            |
| 地下水                             | 1         | 诺成制<br>药现状<br>监测水<br>井、玉龙    | 《地下水质量标准》（GB/T<br>14848-2017）III类标准            | pH                          | 6.5-8.5   | /   | 现<br>行<br>标<br>准           |
|                                 |           |                              |  | 氨氮                          | 0.5 mg/L  |     |                            |
|                                 |           |                              |  | 亚硝酸盐                        | 1.0 mg/L  |     |                            |
|                                 |           |                              |  | 硝酸盐                         | 20.0 mg/L |     |                            |

|                          |                                |               |
|--------------------------|--------------------------------|---------------|
| 化工厂<br>区监测<br>井、下寨<br>水井 | 挥发酚                            | 0.002<br>mg/L |
|                          | 氰化物                            | 0.05 mg/L     |
|                          | 硫酸盐                            | 250 mg/L      |
|                          | 砷                              | 0.01 mg/L     |
|                          | 汞                              | 0.001<br>mg/L |
|                          | 铬（六价）                          | 0.05 mg/L     |
|                          | 总硬度                            | 450 mg/L      |
|                          | 铅                              | 0.01 mg/L     |
|                          | 氟化物                            | 1.0 mg/L      |
|                          | 镉                              | 0.005<br>mg/L |
|                          | 铁                              | 0.3 mg/L      |
|                          | 锰                              | 0.1 mg/L      |
|                          | 溶解性总固<br>体                     | 1000 mg/L     |
|                          | 氯化物                            | 250 mg/L      |
|                          | 耗氧量                            | 3.0 mg/L      |
| 总大肠菌群                    | 3.0 CFU <sup>+</sup><br>/100ml |               |
| 菌落总数                     | 100<br>CFU/ml                  |               |

附表 5-1 污染物排放执行标准（续）

|           |    |      |   |       |           |       |
|-----------|----|------|---|-------|-----------|-------|
| 废水污<br>染源 | 1  | 生活污水 | 《污水综合排放<br>标准》<br>(GB8978-1996)<br>中表 4、《污水排入<br>城镇下水道水质<br>标准》<br>(GB/T31962-201<br>5) 表 1 | pH 值  | 6.5-9.5   | 排污许可证 |
|           | 2  |      |   | 化学需氧量 | ≤500 mg/L |       |
|           | 3  |      |   | 生化需氧量 | ≤300 mg/L |       |
|           | 4  |      |   | 氨氮    | ≤45 mg/L  |       |
|           | 5  |      |   | 动植物油  | ≤100 mg/L |       |
|           | 7  |      |   | 色度    | ≤64       |       |
|           | 8  |      |   | 石油类   | ≤15 mg/L  |       |
|           | 9  |      |   | 悬浮物   | ≤400 mg/L |       |
|           | 10 |      |   | 总磷    | ≤8 mg/L   |       |



|  |    |  |  |            |           |  |
|--|----|--|--|------------|-----------|--|
|  | 11 |  |  | 硫化物        | ≤1 mg/L   |  |
|  | 12 |  |  | 总有机碳       | ≤20 mg/L  |  |
|  | 13 |  |  | 总锰         | ≤2.0 mg/L |  |
|  | 14 |  |  | 可吸附有机卤化物   | ≤1.0 mg/L |  |
|  | 15 |  |  | 氟化物(以 F-计) | ≤20 mg/L  |  |
|  | 16 |  |  | 挥发酚        | ≤1.0 mg/L |  |
|  | 17 |  |  | 总氰化物       | ≤0.5 mg/L |  |