

2021 年自行监测方案

单位名称： 山西诺成制药有限公司

编制时间： 二〇二一年一月二十二日

一、排污单位概况

(一) 排污单位基本情况介绍

1、基本情况

山西诺成制药有限公司基本情况如下：

地理位置：怀仁市医药工业园区内

占地面积：165 亩

职工总数：228 人

行业类别：医药制造业

污染类别：废气、废水、噪声、固体废物

主要产品名称：大容量注射液、小容量注射液、原料药

生产规模：年产大容量注射液 3000 万瓶、年产小容量注射液 5000 万支、年产 20 吨 N-甘氨酸-L-谷氨酰胺和 5 吨 N-甘氨酸-L-酪氨酸原料药

设计生产能力：年产大容量注射液 3000 万瓶、年产小容量注射液 5000 万支、年产 20 吨 N-甘氨酸-L-谷氨酰胺和 5 吨 N-甘氨酸-L-酪氨酸原料药

实际生产能力：年产大容量注射液 3000 万瓶、年产小容量注射液 5000 万支、年产 20 吨 N-甘氨酸-L-谷氨酰胺和 5 吨 N-甘氨酸-L-酪氨酸原料药

2、环保手续履行情况

山西诺成制药有限公司共有三条生产线,其中大容量注射液生产线、小容量注射液生产线、原料药生产线各 1 条。《山西诺成制药有限公司大、小容量注射液等生产线新建项目环境影响报告表》于 2008 年 12 月编制完成,朔州市环保局以“朔环函[2008]204 号”文,对本项目环评文件予以批复;2011 年 11 月该项目进行了竣工验收,怀仁县环保局以“怀环函[2012]115 号”

文给予批复。《山西诺成制药有限公司新建年产 20 吨甘氨酸-谷氨酰胺、5 吨甘氨酸-酪氨酸原料药车间项目环境影响报告书》于 2016 年 12 月编制完成，朔州市环境保护局以朔环审[2017]15 号文对该项目环评文件进行了批复，我公司环保设施均按照环评及批复要求建设完成。由于市场原因，新建年产 20 吨甘氨酸-谷氨酰胺、5 吨甘氨酸-酪氨酸原料药一直未生产，故未完成验收。

（二）生产工艺简述

大容量注射液生产工艺流程：

（1）原辅料的准备

依据批生产指令按照《生产车间领料标准管理程序》开票领取所需物料(原料、辅料、包装材料)。原、辅料在传递间除尘后，脱去外包装，按《物料传递标准操作程序》传入备料间。配药操作工认真核对品名、规格、批号、编号是否与生产品种相一致，数量是否准确，批号、编号是否与批生产指令相一致。

（2）称料

在万级区域称量间开启捕尘装置操作。根据配制量按照《原、辅料称取标准操作程序》精确称取，称量结果必须经复核员核对，无误后准备投料。将剩余的原、辅料封口，贴上拆零物料封口签，放入备料间。

（3）浓配

将称好的原料、辅料拿到浓配室。用适量注射用水将配制所需量的原料完全溶解后减压吸入浓配罐中。打开加压泵循环，合格后打开浓配罐出液口、稀配进液口，打入稀配。

（4）稀配

补加注射用水至全量。开启加压泵循环。

(5) 灌装

药液进入灌装后 QA 检查可见异物,并联系生产线各工序做好生产准备。合格后,通知精洗操作人员输送输液瓶,并打开阀门开始灌装。进入灌装机的输液瓶灌药后灌装操作工及时调装量,调节不低于标示量。QA 检查员在生产开始后,生产过程中及生产结束前对装量进行检查。

(6) 加塞

输液瓶通过绞龙进入加塞机。把没有加好胶塞的输液瓶及时拿出,拔起胶塞把瓶中的药液倒入药液回收桶中。

(7) 轧盖

操作工到铝盖存放处将所需铝盖领回到轧盖室指定位置,剔除变形铝盖。压好塞的输液瓶通过传送带到轧盖机进行轧盖程序操作。

(8) 灭菌

封好口的瓶子进入灭菌室。通过上瓶机将瓶子逐层推入灭菌车内。灭菌车推满后,把灭菌车通过地轨送入灭菌柜内。打开电脑记录仪,准确地输入灭菌程序。

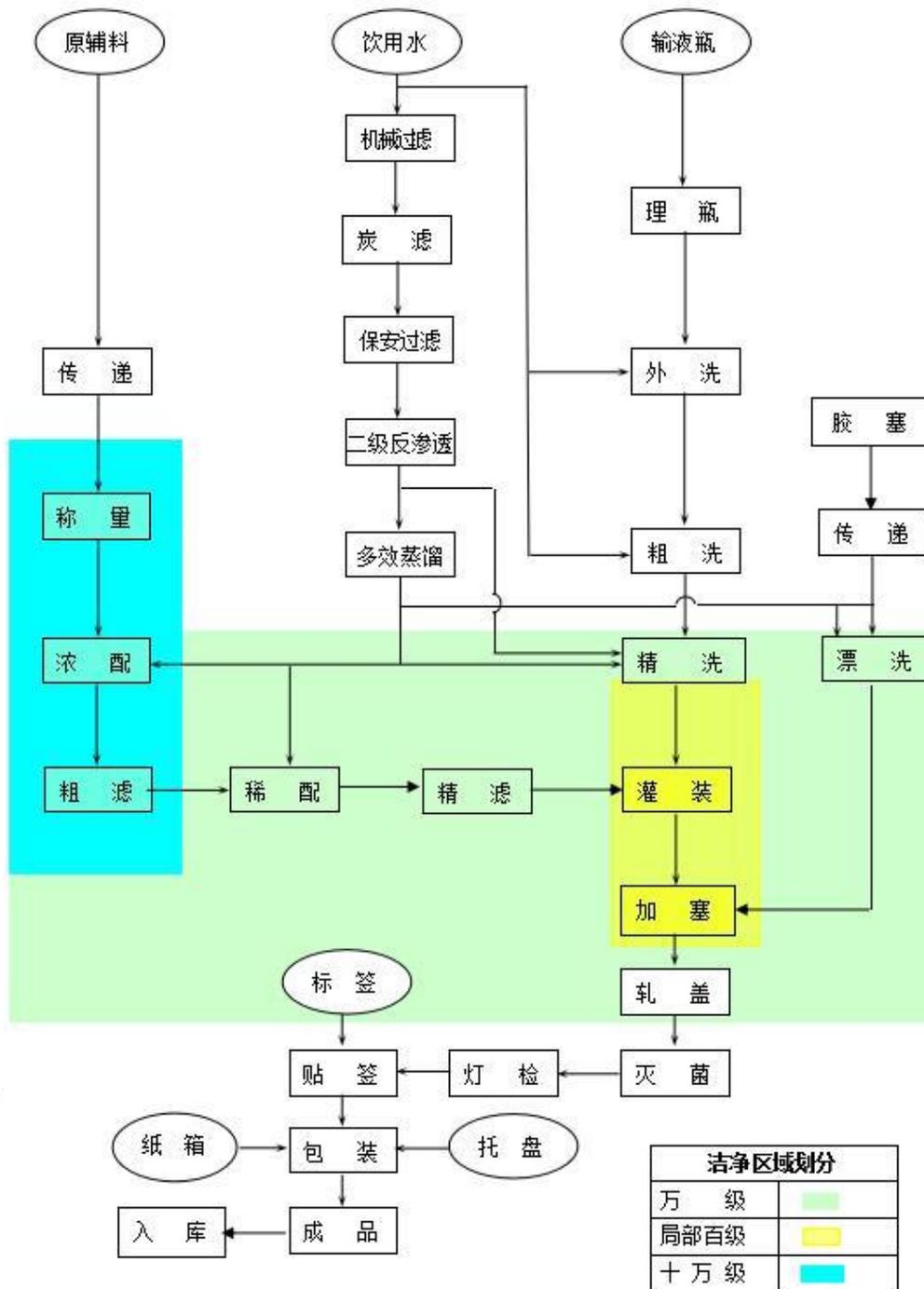


图1 大容量注射液生产工艺流程图

小容量注射液生产工艺流程：

(1) 原、辅料准备

将所领取的原辅料进入车间物料传递间。原、辅料在传递间除尘后，脱去外包装，按《物料传递标准操作程序》传入原辅料

准备间。核对无误后，将原辅料运到称量间，根据配制量按照《原辅料称量标准操作程序》精确称取所需量，并经两人核对，无误后准备投料。

（2）配制过程

取配制量所需原辅料，用适量的注射用水完全溶解后，冷却至室温，用聚醚砜滤器过滤后减压吸入稀配罐内，然后用适量注射用水将桶内残余药液冲洗干净，吸入稀配罐内，重复两次，充入氮气。取适量注射用水冲洗浓配罐，开启循环泵，循环冲洗后打入稀配罐，重复两次。补加注射用水至全量，取样检查药液可见异物，合格后送入灌封。

（3）灌封

检查终端过滤后药液，可见异物应合格。经终端过滤后的药液放入贮液瓶，在线清洗贮液瓶及药液分配管道，到可见异物合格为止。检查灌封条件（氮气、压缩空气、氢氧气）已具备，针头对位准确。执行《灌封机标准操作程序》启动灌封机，将装量调试合格后进行灌封，灌封过程中将不良品去除，按废弃物处理。将灌封合格品经传递窗，执行《传递窗使用标准管理程序》传出无菌室。

（4）灭菌

将灌封传出的半成品按规定量装入灭菌柜内。检查压缩空气，纯化水、蒸气、色水条件应具备。打开电脑，输入以下程序：注水→升温→灭菌→排压→检漏→清洗（两次）→结束。灭菌结束后，将灭菌后的产品按柜次码放整齐，标明状态标志。

（5）灯检

将灭菌后的产品，按柜次执行《灯检标准操作程序》进行灯检。

将合格品按柜次放入合格品存放间，不合格品按废弃物处理。

(6) 包装

成品经检验合格后，包装入库。

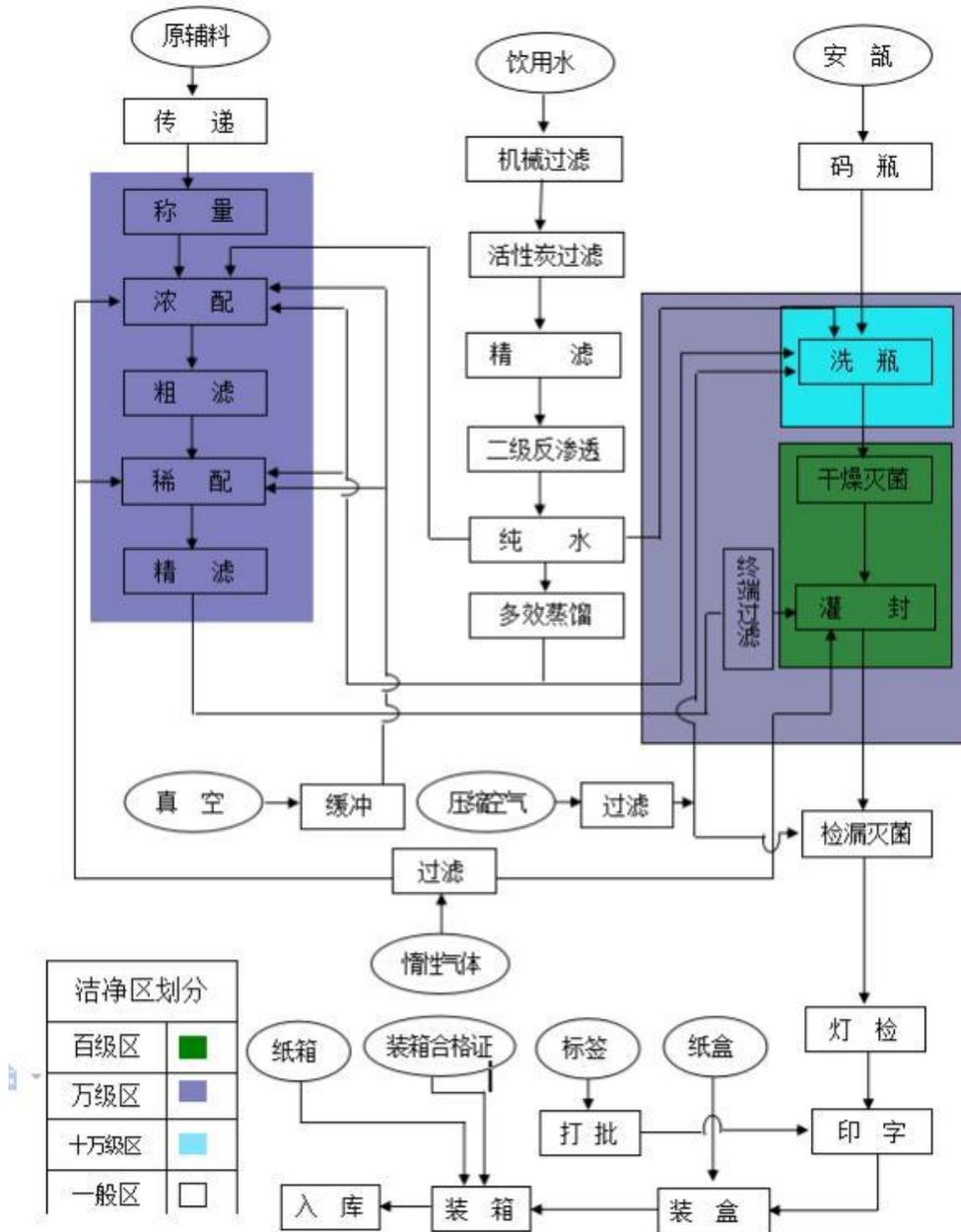
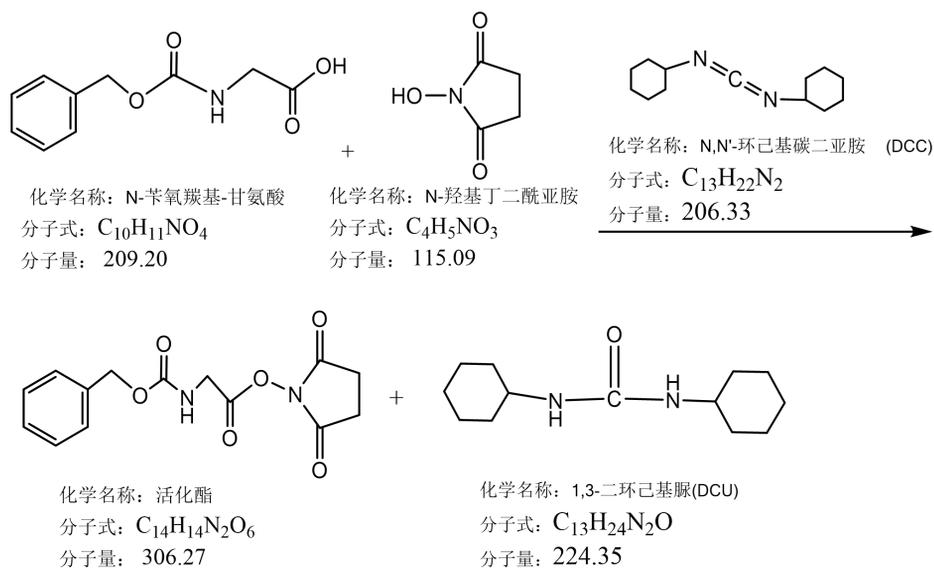


图2 小容量注射液生产工艺流程图

甘氨酸-L-谷氨酰胺 (G-Q) 生产工艺流程:

(1) G-Q 中间体的制备

酯化反应：在清洁干燥的反应釜中，加入 1665kg 乙酸乙酯（AcOEt）、185kg N-苄氧羰基甘氨酸（N-Z-Gly）、194kg 二环己基碳二亚胺（DCC）以及 110kg 羟基丁二酰亚胺（HOSU），乙酸乙酯为溶剂，其他为反应物，搅拌溶解后升温至 40~50℃ 进行酯化反应，搅拌反应 4 h。将反应液过滤，滤饼用 185kg 乙酸乙酯（AcOEt）洗涤，滤饼作为副产物外售。将得到的过滤滤液和滤饼洗液合并，得活化酯乙酸乙酯溶液，备用。涉及的化学反应式如下图：

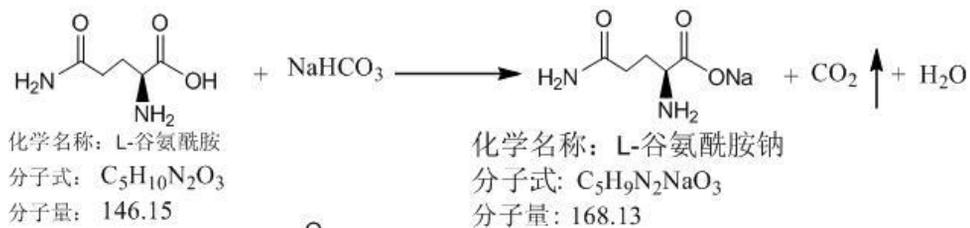


缩合反应：在另一个反应釜中，加入 1080kg 新鲜水，139kg L-谷氨酰胺（L-Gln）以及 139kg 碳酸氢钠，搅拌溶解。将上述得到的活化酯乙酸乙酯溶液加入上述 L-谷氨酰胺溶清的反应釜中，升温至 30~40℃ 进行缩合反应，搅拌反应 10h，在碱性环境下，生成的中间体溶于水相，反应结束后将反应液静置分层，收集下层（含水层），上层有机层（乙酸乙酯层）用 200kg 新鲜水再萃取一次，水层转入另一个反应釜。上层有机层（乙酸乙酯层）集中收集后送至供货厂家进行溶剂回收。

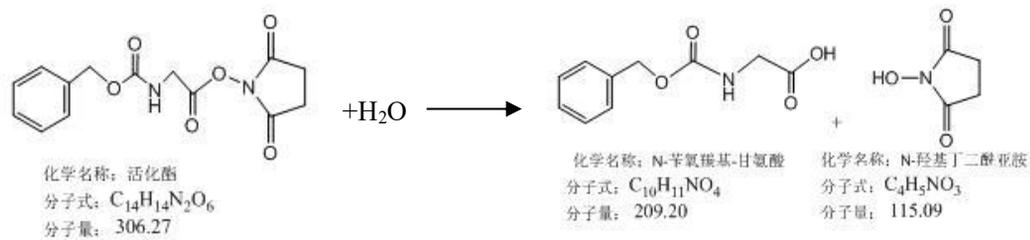
将两次萃取得到的下层含水层合并，搅拌降温至 0~5℃，加入 477kg 20%稀硫酸，调节溶液 PH=1~2。在酸性条件下，生成

的 DCU 与硫酸生成 DCU 硫酸盐，溶于水相，调节反应液温度至 $-10^{\circ}\text{C}\sim-5^{\circ}\text{C}$ ，搅拌析晶 8~12h 后将得到的溶液过滤，再用 200kg 新鲜水洗涤滤饼。滤液作为废水进入车间东侧的浓污水收集池收集后进入厂区设置的生产废水处理站预处理，得到的滤饼即为湿品 G-Q 中间体，该中间体无需干燥和纯化，直接用于下步反应。

第一步反应转化率为 95%，第二步反应转化率 90%，总转化率 85.5%，分子产率 75.7%（按折干计算）。涉及的化学反应式如下图：



未反应的活化酯遇水返回生成苄氧羰基甘氨酸和羟基丁二酰亚胺：



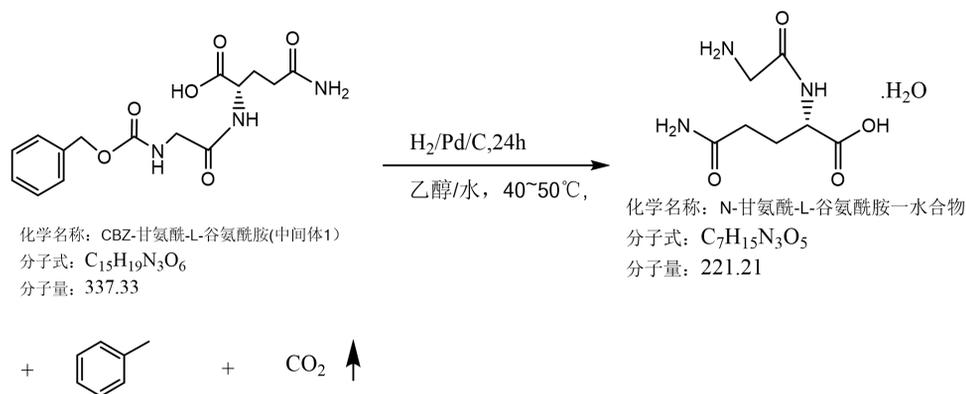
本过程生产周期为 50h，每批次产 226kg G-Q 中间体，操作温度在-10~60℃，反应压力为常压。

(2) G-Q 粗品的制备

在清洁的反应釜中，依次加入 900.6kg 95%乙醇 1，上步得到的 G-Q 中间体，1800kg 纯化水，搅拌溶解后，加入 22.52kg 钯炭。用氮气置换反应釜内空气 3 次，最后一次置换后，通入氢气，使得反应过程在氢气环境中进行，将反应釜密闭后升温至 40-50℃，搅拌反应 24h，在反应过程中，每隔 4h 将反应釜内气体以氢气置换一次。反应结束后，反应液转入筒式过滤器中，用氮气将反应液进行压滤。滤液转入浓缩析晶釜待用，滤饼以 160kg 50%乙醇洗涤，滤干后，滤饼送指定单位进行钯炭回收。将洗液和浓缩析晶釜中的压滤液合并，升温至 50-60℃后进行减压蒸馏，以回收滤液中的含水乙醇和副产物甲苯，含水乙醇收集后去溶剂回收区精馏回收塔进行溶剂回收，减压蒸馏的残留液中加入 2250kg 95%乙醇 2，升温至 70℃，搅拌溶解 1h，随后降温至-5~0℃，搅拌析晶 8-12h。

析晶结束后将溶液进行离心过滤，滤液集中收集后去溶剂回收区经粗蒸、精馏过程进行溶剂回收，得到的滤饼在 60~70℃下进行减压干燥 10h，得到 G-Q 粗品和干燥废水。本反应转化率为 100%，分子产率 74.5%（按折干计算）。涉及的化学反应式

如下图：



本过程生产周期为 50h，每批次产 110kg G-Q 粗品，操作温度在 -5~80℃，反应压力为常压。

(3) 成品精制

在清洁的反应釜中，依次加入 440kg 95%乙醇、上步得到的 G-Q 粗品、440kg 纯化水，搅拌升温至 65℃溶解后，加入 5.5kg 活性炭，保持温度在 60~70℃之间，搅拌脱色 30min，将得到的溶液筒式压滤器中进行氮气压滤，滤液转入另一结晶釜，滤饼以 55kg G-Q 粗品量的 50%乙醇洗涤，滤干后得到的滤饼作为危险固体废物合理处理。

将得到的滤液和洗液合并，搅拌降温至 -5~0℃，搅拌析晶 8-10h 后进行离心过滤，滤饼以 22kg 50%乙醇洗涤。得到的洗液和滤液集中收集后送至溶剂回收区进行溶剂回收，得到的滤饼在 50-60℃减压干燥 8-12h 后，得到的原料药进行收料包装后，得成品（N-甘氨酸-L-谷氨酰胺）。产品收率约 72.5%。

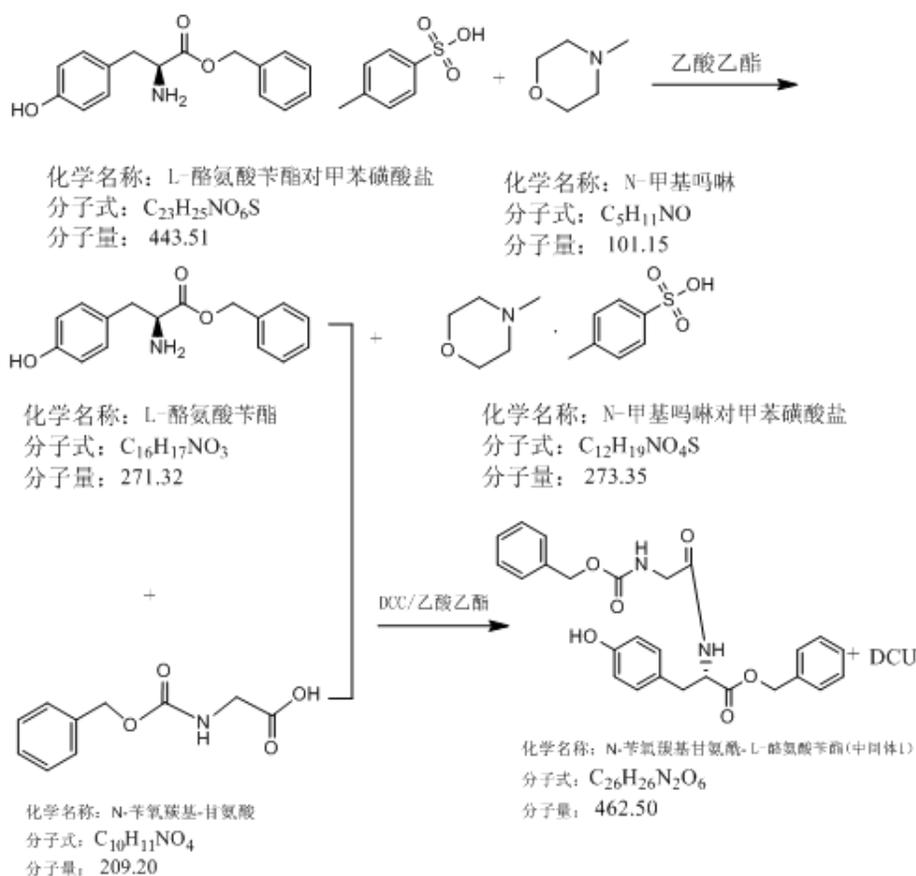
本过程生产周期为 30h，每批次产 80kg 成品，操作温度在 -5~80℃，反应压力为常压，本过程不涉及化学反应。

N-甘氨酸-L-酪氨酸二水合物（G-Y）生产工艺流程：

(1) G-Y 中间体的制备

在清洁干燥的反应釜中，加入 1224kg 乙酸乙酯（AcOEt）、

85kg N-苄氧羰基甘氨酸 (N-Z-Gly)、170kg L-酪氨酸苄酯对甲苯磺酸盐(L-Tyr-OBzl.TosOH)、102kg 二环己基碳二亚胺(DCC)以及 85kg N-甲基吗啉 (NMM)，搅拌溶解，升温至 30~40℃，搅拌反应 8h。反应结束，反应液中加入 450kg 新鲜水，搅拌 1h 后进行过滤，滤饼用 136kg 乙酸乙酯洗涤，洗液与过滤得到的滤液合并，滤饼（粗 DCU）作为副产物外售，将合并的滤液静置分层，下层（水层）作为废水进入浓污水池进行污水处理。在上层（有机层）中加入 450kg 新鲜水再次进行萃取，下层（水层）作为废水进入浓污水池收集后进入新建生产废水处理站预处理，上层（有机层）保持温度在 50-60℃进行减压蒸馏，蒸出的含水乙酸乙酯集中收集后由供货厂家回收进行乙酸乙酯溶剂回收，在残留液中加入 850kg 95%乙醇和 800kg 新鲜水，搅拌降温至 -5~5℃后搅拌析晶 10-12h，将得到的溶液进行离心过滤，将得到的滤饼以 42.5kg 50%乙醇洗涤，洗液与滤液合并同时送溶剂回收区进行乙醇回收。洗涤后的滤饼在 50-60℃减压干燥 10h 后得到 G-Y 中间体。本反应过程反应转化率为 90%，中间体的分子产率 62%（按折干计算）。涉及的化学反应式如下图：

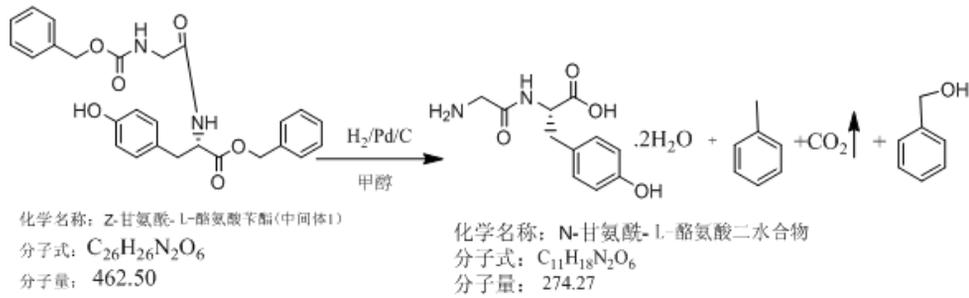


本过程生产周期为 40h，每批次产 115 kg G-Y 中间体，操作温度在 $-5\sim 80^{\circ}C$ ，反应压力为常压。

(2) G-Y 粗品制备

在清洁的反应釜中，依次加入 1142kg 甲醇、G-Y 中间体、300kg 纯化水，搅拌溶解溶清后，加入 6kg 钯炭，用氮气置换反应釜内空气 3 次，最后一次置换后，通入氢气，使得反应过程在氢气环境中进行。密闭反应釜后将反应液升温至 $40\sim 50^{\circ}C$ ，搅拌反应 12h，反应过程中每隔 3h 将釜内气体以氢气置换一次。反应结束后转入筒式过滤器，用氮气完成压滤，滤液转入浓缩析晶釜，滤饼以 58kg 甲醇洗涤，滤干后，滤饼送专业公司进行钯炭回收。将得到的滤液和洗液合并，保持温度在 $50\sim 60^{\circ}C$ 之间，进行减压蒸馏，回收反应液中的甲醇，回收的含水甲醇送溶剂回收区进行甲醇回收，往残留液中加入 960kg 95%乙醇和 300kg 纯化水，

升温至 70℃，搅拌溶解 1h 后降温至 -5~0℃，搅拌析晶 8-12h。析晶结束后进行离心过滤，得到的滤液送溶剂回收区进行乙醇回收，将滤饼在 60-70℃ 下减压干燥 10h，收料，得到 G-Y 粗品。本反应过程 G-Y 粗品的分子产率 95%。涉及的化学反应式如下图：



本过程生产周期为 40h，每批次产 60kg G-Y 粗品，操作温度在 -5~80℃，反应压力为常压。

(3) 成品精制

在清洁的反应釜中，加入 360kg 95%乙醇、G-Y 粗品、360kg 纯化水。搅拌升温至 65℃ 溶解，溶清后，加入 3.3kg 活性炭，溶液保持温度在 60-70℃ 进行搅拌脱色 30min，脱色后将溶液过滤，转入筒式过滤器中用氮气进行压滤，得到的滤液转入结晶釜，滤饼用 32kg 50%乙醇洗涤，滤干，滤饼作为危险固废合理处理。将得到的滤液和洗液合并，将混合溶液降温至 -5~0℃ 后进行搅拌析晶 8-10h，析晶后的溶液进行离心过滤，滤饼以 32kg 50%乙醇洗涤。将得到的洗液和滤液合并后送溶剂回收区进行乙醇回收，洗涤后的滤饼在 50-60℃ 减压干燥 8-12h 后，经收料、粉碎、包装后，得到最终产品。本反应过程最终产品的收率约 83%。

本过程生产周期为 30h，每批次产 50kg 成品，操作温度在 -5~80℃，反应压力为常压，本过程不涉及化学反应。

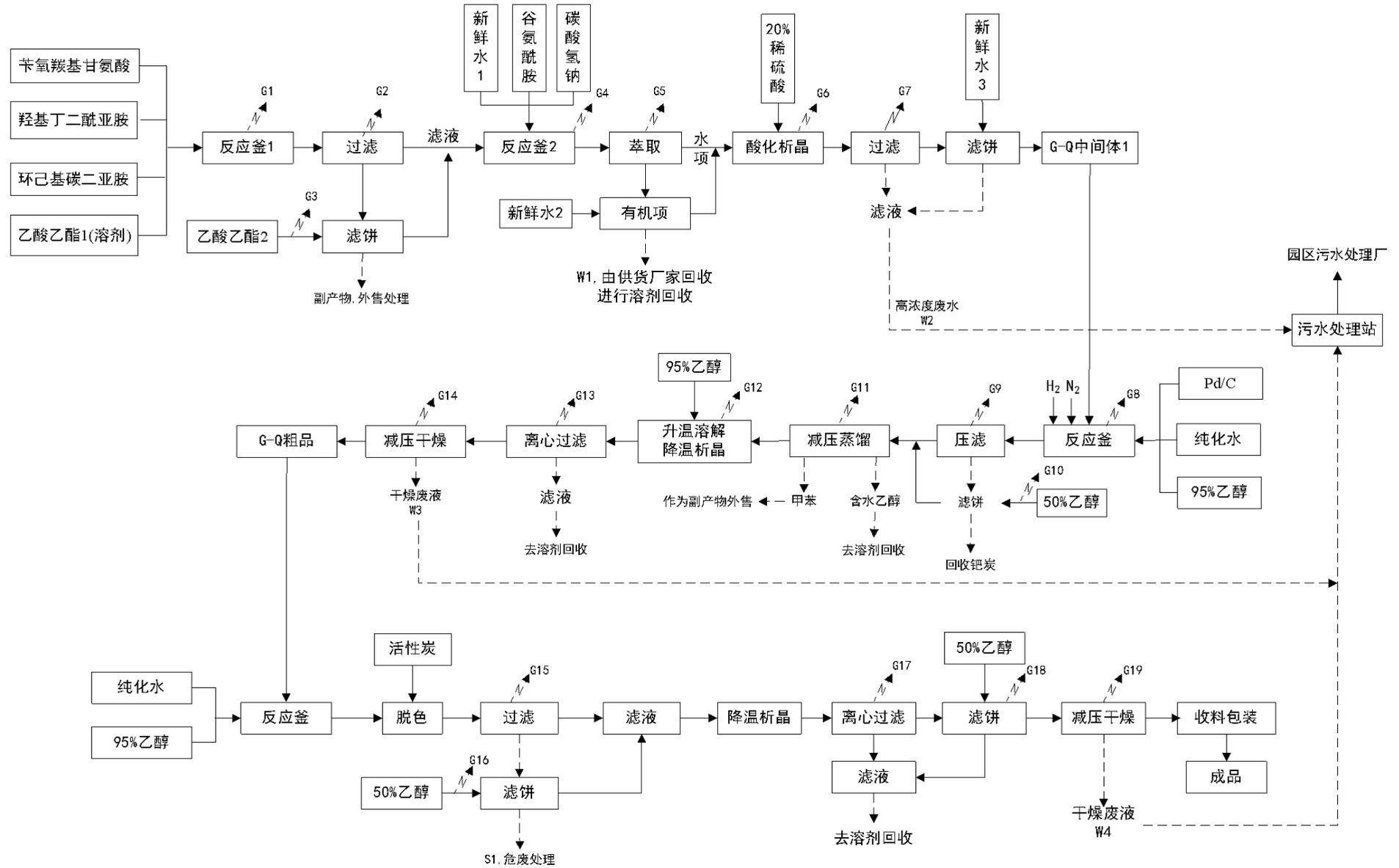


图3 G-Q制备工艺流程

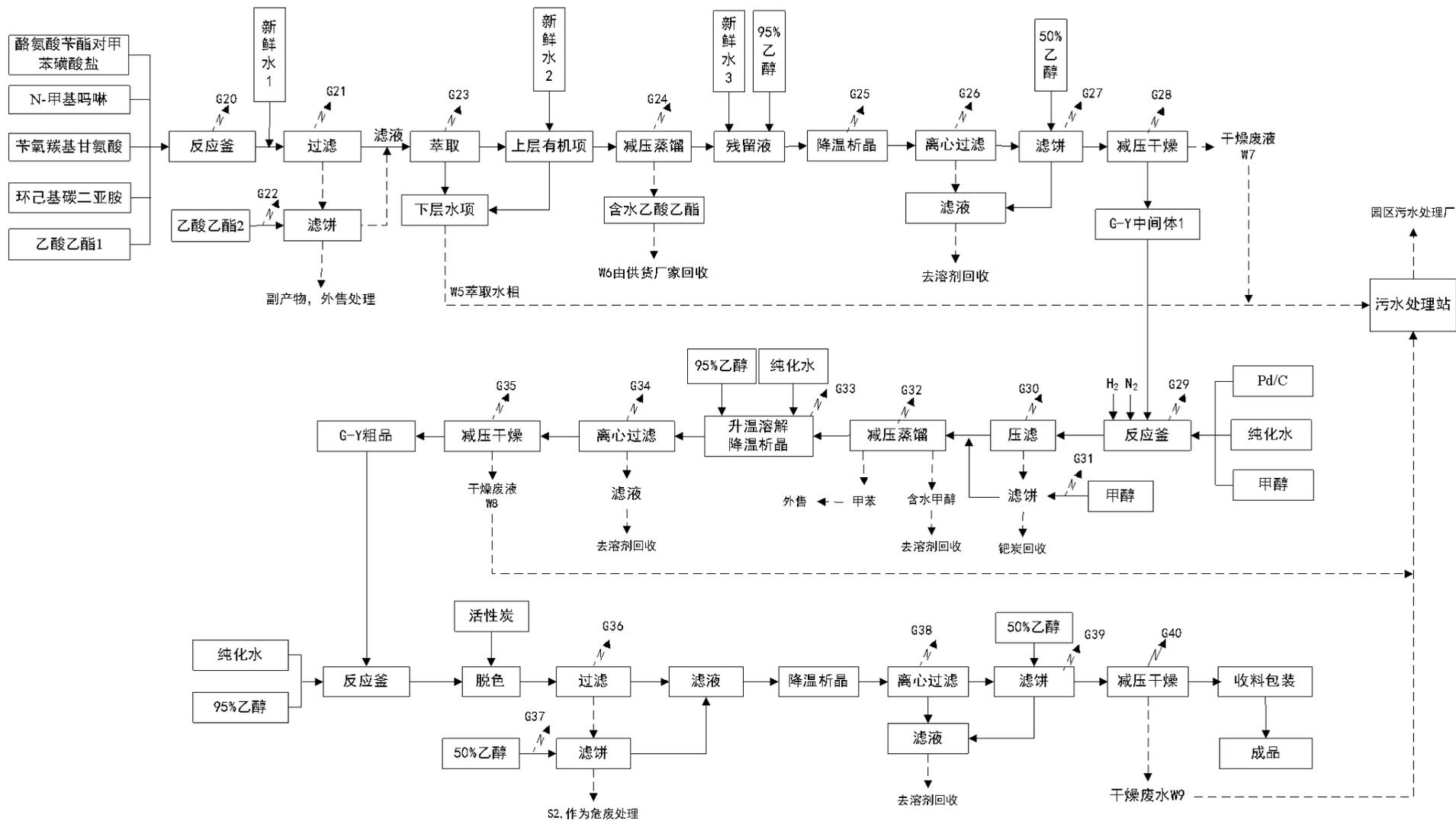


图4 G-Y制备工艺流程

(三) 污染物产生、治理和排放情况

1、废气

我公司主要的大气污染物为燃气锅炉运行过程中产生的烟尘、二氧化硫和氮氧化物等污染物，甘氨酸-谷氨酰胺和甘氨酸-酪氨酸原料药生产车间有机废气；厂区无组织排放主要为原料药生产车间未被收集的有机废气、有机液体储罐大小呼吸产生的有机废气及运输道路扬尘。

针对以上污染源，公司均采取了相应的污染防治措施，我公司废气产排污节点、污染物及污染治理情况详见表 1-1。

表 1-1 废气产排污节点、污染物及治理设施信息表

生产设施名称	对应产污环节名称	污染物种类	排放形式	污染治理措施	有组织排放口编号	有组织排放口名称	排气筒高度	排放口类型
4t/h 燃气锅炉	锅炉燃烧	颗粒物、二氧化硫、氮氧化物、林格曼黑度	有组织	燃用清洁燃料天然气	DA001	4t/h 蒸汽锅炉烟气排放口	15m	一般排放口
8t/h 燃气锅炉	锅炉燃烧	颗粒物、二氧化硫、氮氧化物、林格曼黑度	有组织	燃用清洁燃料天然气	DA002	8t/h 蒸汽锅炉烟气排放口	15m	一般排放口
各反应釜、过滤器、冷凝塔、干燥机等	甘氨酸-谷氨酰胺及甘氨酸-酪氨酸生产过程中逸散的废气	VOCs	有组织	两级碱水喷淋+一级活性炭吸附塔	DA003	原料药生产车间有机废气排放口	15m	主要排放口
各反应釜、过滤器、冷凝塔、干燥机等	甘氨酸-谷氨酰胺及甘氨酸-酪氨酸生产过程中未被收集的有机废气	VOCs	无组织	/	/	/	/	/
有机液体储罐	有机液体加液和储存	VOCs	无组织	双管式原料输送、控制仓库温度、加强仓库通风	/	/	/	/

2、废水

我公司废水主要为车间各类清洗废水、原料药生产车间生产废水和生活污水，废水产生量约为 40.41m³/d，全部进入厂区自建的污水处理厂处理，处理后，除部分用于绿化外，其余废水经管网排入园区管网，后送至金沙湾医药化工园区进一步处理。我公司废水产排污节点、污染物及污染治理情况详见表 1-2。

表 1-2 废水类别、污染物及治理设施信息表

废水类别	污染物种类	污染治理措施	排放去向	排放规律	排放口编号	排放口类型
生产废水	pH 值、化学需氧量、总磷、氨氮、总氮、悬浮物、色度、五日生化需氧量、总有机碳、急性毒性	UV-H ₂ O ₂ -高效多维电解+水解酸化+涌动式两段厌氧反应+二级 SBR 工艺+深度氧化处理工艺	排入城市污水处理厂	连续排放	DW001	主要排放口
初期雨水	pH、化学需氧量、氨氮、悬浮物	/	雨水管网	间断排放	YS001	/

3、固体废物

我公司生产过程产生的固废分为一般工业固废和危险废物。固体废物产生及处理处置信息详见表 1-3。

表 1-3 固体废物产生及处理处置信息表

类型	产污环节	固废名称	产生量(t/a)	处理处置方式
一般工业固废	纯水制备过滤工序	废活性炭和废吸附载体物	1.5	设置收集桶集中收集
	原材料仓库	废包装材料	6	废品公司回收
	污水处理站	污泥	50.16	集中后由当地环卫部门集中清运处置
危险废物	G-Q 成品精制	滤饼	2.4	临时存放于危废暂存间，定期由有资质单位处置
	G-Q 溶剂回收过滤	后残液	37.03	
	G-Y 成品制备	滤饼	0.56	
	G-Y 乙醇回收粗蒸	残液	20.37	
	G-Y 乙醇粗蒸残液过滤	滤液	18.85	
	包装	废内包装材料	5	
废气处理系统	废活性炭	3		

4、噪声

公司噪声主要来自空调冷冻机组、空压机、离心机、过滤器、真空泵机组，冷冻机组、空压机组，各类泵类、运输车辆等设备。工程采用了设备减振、消声、结构维护等措施，可使厂界噪声达到相应标准要求。我公司噪声设备源及治理措施信息详见表 1-4。

表 1-4 主要噪声设备源及治理措施信息表

噪声源位置	噪声源	排放特性	控制措施
制剂车间	生产设备	连续	室内布置、基础减振
	冷冻机组	连续	室内布置、基础减振
	空压机	连续	室内布置，进气口安装消声器
	泵类设备	连续	室内布置、基础减振
原料药生产车间	搅拌机	连续	室内布置、基础减振
	离心机	连续	室内布置、基础减振
	真空泵机组	连续	室内布置、基础减振
	冷冻机组	连续	室内布置、基础减振

5、我公司无重金属污染物产生和排放。

6、变更情况

我公司建设过程中严格按照环评及设计要求建设，由于市场原因，新建年产 20 吨甘氨酸-谷氨酰胺、5 吨甘氨酸-酪氨酸原料药车间一直未生产；4t/h 蒸汽锅炉停用；环保设备未发生变更。

二、排污单位自行监测开展情况简介

（一）编制依据

1、依据《朔州市2019年山西省重点排污单位名录》，我公司属重点排污单位；依据《固定污染源排污许可分类管理名录(2017年版)》，我单位属于重点管理单位。

2、根据山西省生态环境厅晋环监测〔2019〕9号《关于切实做好2019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《排污许可申请与核发技术规范 制药工业—原料药制造》(HJ858.1-2017)等文件编制了我公司2021年自行监测方案。

(二) 监测手段和开展方式

1、自行监测手段：手工监测和自动监测相结合。

手工监测项目：废气：8t/h 蒸汽锅炉烟气排放口的颗粒物、二氧化硫、烟气黑度；原料药生产车间有机废气排放口的挥发性有机物；厂界的颗粒物、挥发性有机物；废水：全厂废水总排口的总磷、总氮、悬浮物、色度、五日生化需氧量、总有机碳、急性毒性；雨水排放口的 pH、化学需氧量、氨氮、悬浮物；噪声：厂界噪声。

自动监测项目：废水总排口的流量、pH 值、化学需氧量、氨氮。

2、开展方式：自承担监测和委托监测相结合。

其中，自动检测项目为自承担，手工监测项目为委托检测。

(三) 在线自动监测情况

我公司按照《排污许可申请与核发技术规范 制药工业—原料药制造》(HJ858.1-2017)中规定安装在线监测系统。

表 2-1 自动在线监测设备

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	全厂废水总排口	流量	流量计	北京九波声迪科技有限公司	是	是	山东中节能天融环保科技有限公司北京分公司
		pH	pH 水质自动分析仪	江苏博克斯科技股份有限公司			
		化学需氧量	化学需氧量 (COD _{Cr}) 自动监测仪	南京港能环境科技有限公司			
		氨氮	氨氮水质自动分析仪	南京鸿凯环境科技			

				有限公司			
--	--	--	--	------	--	--	--

(四) 实验室建设情况

我公司自承担监测的项目为需自动监测的各项指标,其余需手工监测的项目均采用委托监测方式,因此未设置实验室。

三、手工监测内容

我公司手工监测项目包括:

废气: 8t/h 蒸汽锅炉烟气排放口的颗粒物、二氧化硫、烟气黑度; 原料药生产车间有机废气排放口的挥发性有机物; 厂界的颗粒物和挥发性有机物。

废水: 全厂废水总排口的总磷、总氮、悬浮物、色度、五日生化需氧量、总有机碳、急性毒性。

雨水排放口的 pH、化学需氧量、氨氮、悬浮物。

噪声: 厂界噪声。

(一) 废气监测

1、废气监测内容

根据环评报告书及环评批复的相关内容,具体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	监测频次	样品个数	测试要求	排放方式和排放去向
1	固定源废气	8t/h 蒸汽锅炉	锅炉烟囱上	颗粒物	1 次/年	非连续采样至少 3 个	同步记录工况、生产负荷、烟气参数等	集中排放, 环境空气
				二氧化硫	1 次/年			
				氮氧化物	1 次/月			
				林格曼黑度	1 次/年			

2	固定源废气	各反应釜、过滤器、冷凝塔、干燥机等	原料药生产车间有机废气排放口上	VOCs	1次/月	非连续采样至少3个	同步记录工况、生产负荷、烟气参数等	
3	无组织废气	/	厂界外下风向4个监控点	颗粒物、VOCs	1次/半年	非连续采样至少3个	同步记录风速、风向、气温、气压等	无组织排放，环境空气

注：原料药车间未生产，VOCs不监测。

2、废气监测点位示意图

废气监测点位示意图见图 3-1、3-2、3-3。

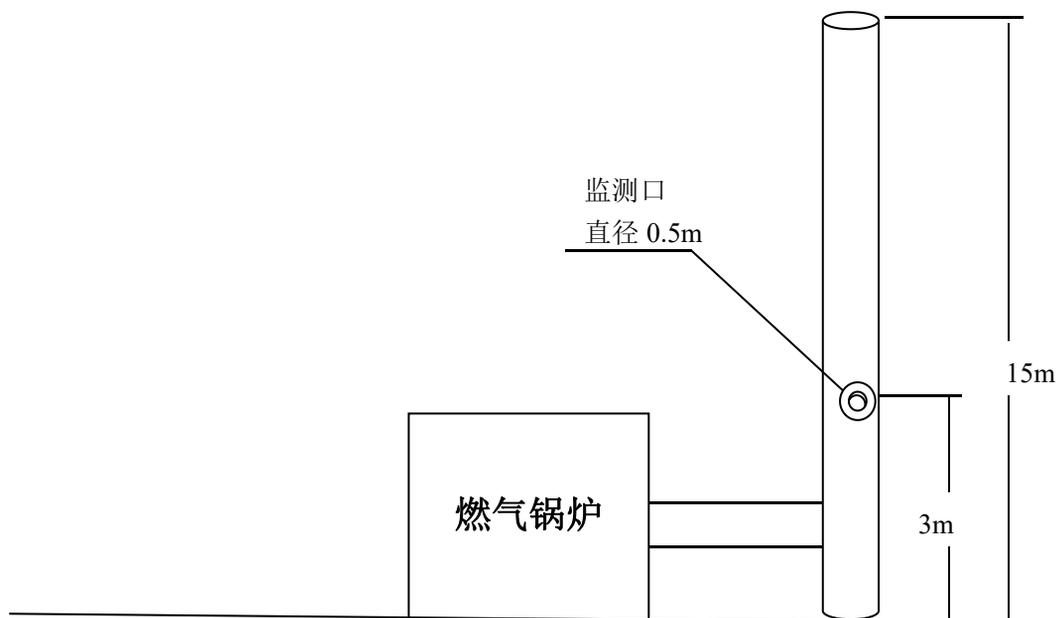


图 3-1 锅炉废气监测点位示意图

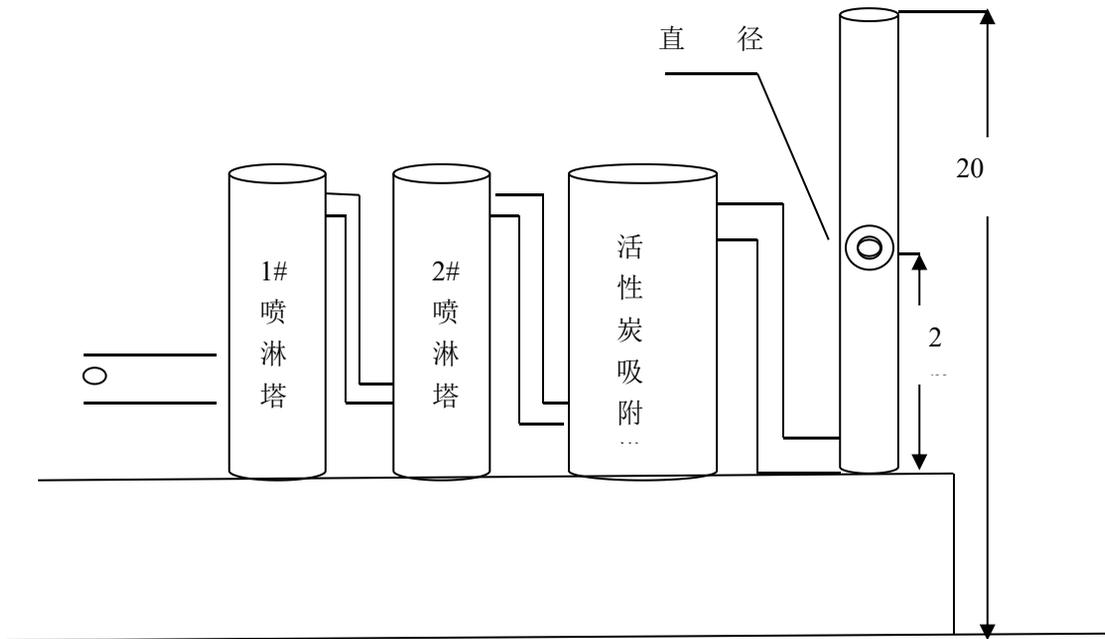


图 3-2 原料药生产车间废气监测点位示意图

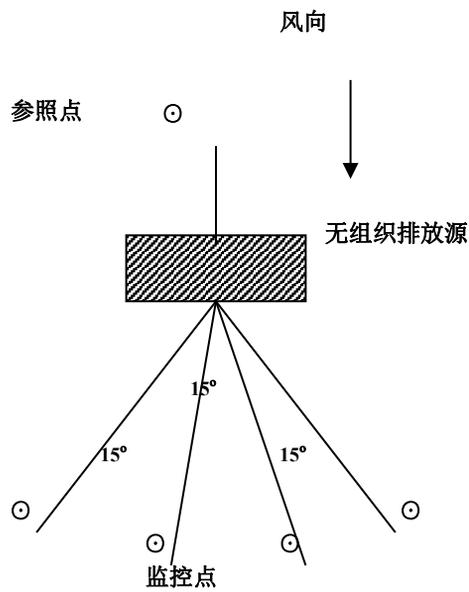


图 3-3 厂界无组织监测点位示意图

3、废气监测方法及使用仪器

有组织污染物排放和无组织废气污染物排放的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	监测项目	采样依据及方法	样品保存方法	分析及依据	检出限	仪器设备名称和型号	备注
1	二氧化硫	《固定源废气监测技术规范》(HJ/T 397-2007)	--	固定污染源排气中二氧化硫的测定 定电位电解法 HJ/T 57-2000	15 mg/m ³	自动烟尘(气)测试仪 3012H-D	以委托监测报告为准
2	氮氧化物		避光	固定污染源废气氮氧化物的测定 定电位电解法 HJ693-2014	3mg/m ³	自动烟尘(气)测试仪 3012H-D	
3	颗粒物		--	固定污染源废气低浓度颗粒物的测定 重量法 HJ836-2017	0.001mg/m ³	3012H 自动烟尘(气)测试仪	
4	林格曼黑度		--	固定污染源排放烟气黑度的测定 林格曼烟气黑度图法 HJ/T 398-2007	--	林格曼黑度计	
5	VOCs		密封, 4℃避光保存	固定污染源废气挥发性有机物的测定固相吸附-热脱附/气相色谱-质谱法 HJ/T 734-2014	0.001~0.01mg/m ³	气相色谱仪 GC	
6	颗粒物(无组织)	《大气污染物无组织排放监测技术导则》(HJ/T55—2000)	--	环境空气 总悬浮颗粒物的测定 重量法 GB/T 15432-1995	0.001mg/m ³	大气颗粒物综合采样器(五路) FY-DQ101、电子天平 CP124C	
7	VOCs		--	环境空气 挥发性有机物的测定 吸附管采样-热脱附/气相色谱-质谱法 HJ644-2013	0.3~1.0 μg/m ³	气相色谱仪 GC	

(二) 废水监测

1、 废水监测内容

我公司废水监测内容见表 3-3。

表 3-3 废水监测内容一览表

序号	监测点位	监测项目	采样个数	手工监测频次	排放方式	排放去向
1	全厂废水总排口	总磷	非连续采样、至少 3 个混合样	1 次/月	间接排放	城市污水处理厂
		总氮	非连续采样、至少 3 个混合样	1 次/月		
		悬浮物、色度、五日生化需氧量、总有机碳、急性毒性	非连续采样、至少 3 个混合样	1 次/季		
2	雨水排放口	pH、化学需氧量、氨氮、悬浮物	非连续采样、至少 3 个混合样	1 次/降雨日	间接排放	排入雨水管网

2、 废水监测点位示意图

我公司废水监测点位详见图 3-4。



图 3-4 废水监测点位示意图

3、废水监测方法及使用仪器

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	仪器设备名称和型号	备注
1	COD _{Cr}	地表水和污水监测技术规范 HJ/T91-2002	加硫酸至 pH<2,4℃保存	HJ 828-2017 重铬酸盐法	4mg/L	酸式滴定管	
2	悬浮物		0-4° 避光保存	GB 11901-1989 重量法	--	CP114 电子天平	
3	总磷		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	
4	总氮		加硫酸调节 pH 至 1~2	碱性过硫酸钾消解紫外分光光度法 HJ636	0.05mg/L	752 分光光度计	
5	色度		储存于暗处	水质 色度的测定 GB1193-1989	--	具塞比色管 50mL	
6	总有机碳		24h 内测定, 或加入硫酸至 pH ≤2, 在 4℃ 条件下可保存 7 d	水质 总有机碳的测定 燃烧氧化-非分散红外吸收法 HJ501-2009	0.1 mg/L	非分散红外吸收 TOC 分析仪	
7	急性毒性		密封	水质 急性毒性的测定 GB/T15441-1995	--	生物法 光光度计	

(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	监测方法及依据	检出限	仪器设备名称和型号	备注
厂界四周共布设 8 个噪声点	Leq (A)	每季度一次 (昼、夜各一次)	工业企业厂界环境噪声排放标准 (GB 12348-2008)	35dB(A)	HS6288 智能声级计	以委托监测报告为准

2、监测点位示意图

噪声监测点位示意图3-5。

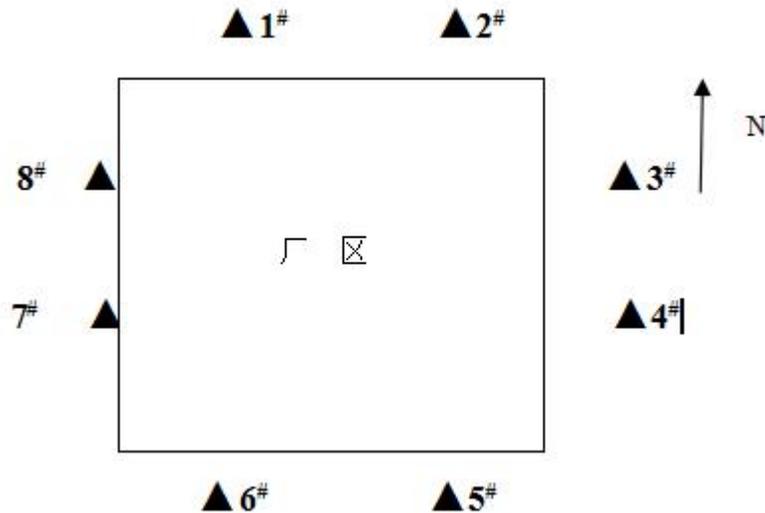


图 3-5 噪声监测布点示意图

(四) 排污单位周边环境质量监测

环评未做明确要求，故本方案不做要求。

(五) 手工监测质量保证

1、机构和人员要求：排污单位对自测机构监测业务能力自认定情况,排污单位对自测机构人员上岗考核情况及人员持证上岗情况;接受委托的监测机构通过山西省检验检测机构资质认定并在有效期内。

2、监测分析方法要求：采用国家标准方法、行业标准方法或生态环境部推荐方法。

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、环境空气、废气监测要求：按照《环境空气质量手工监测技术规范》（HJ194-2017）、《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、水质监测分析要求:水样的采集、运输、保存、实验室分析和数据处理按照《地表水和污水监测技术规范》(HJ/T91-2002)、《地下水环境监测技术规范》(HJ/T164—2004)和《固定污染源监测质量保证与质量控制技术规范》(HJ/T373-2007)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。

6、噪声监测要求:布点、测量、气象条件按照《工业排污单位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

我公司已按照《《排污许可申请与核发技术规范 制药工业—原料药制造》(HJ858.1-2017)中规定安装在线监测系统。其中废水总排口的pH值、化学需氧量、氨氮采用自动检测,自动监测系统故障时采用手工监测。

(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	检测项目	安装位置	监测频次	联网情况	是否验收
1	废水	pH、化学需氧量、氨氮、温度	全厂废水总排口上	全天连续监测	已经联网	是

(二) 自动监测质量保证

1、运维要求：我公司自行负责运行和维护。

2、废气污染物自动监测要求：按照《固定污染源烟气（SO₂、NO_x、颗粒物）排放连续监测技术规范》（HJ75-2017）和《固定污染源烟气（SO₂、NO_x、颗粒物）排放连续监测系统技术要求及检测方法》（HJ76-2017）对自动监测设备进行校准与维护。

3、废水污染物自动监测要求：按照《水污染源在线监测系统运行与考核技术规范（试行）》（HJ/T355-2007）和《水污染源在线监测系统数据有效性判别技术规范》（HJ/T356-2007）对自动监测设备进行各类比对、校验和维护。

4、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

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	标准限值	确定依据
					浓度限值 (mg/Nm ³)	
固定源 废气	1	4t/h 燃气锅炉	《锅炉大气污染物排放标准》GB13271-2014	颗粒物	20	环评中要求的执行标准
				二氧化硫	50	

				氮氧化物	200	
				林格曼黑度	1	
	2	8t/h 燃气锅炉	《锅炉大气污染物排放标准》GB13271-2014 表 3 中燃气锅炉	颗粒物	20	环评中要求的执行标准
				二氧化硫	50	
				氮氧化物	200	
				林格曼黑度	1	
	3	各反应釜、过滤器、冷凝塔、干燥机等	天津市地方标准《工业企业挥发性有机物排放控制标准》(DB12/524-2014) 中 5 中无组织排放浓度限值要求	VOCs	40	环评中要求的执行标准
无组织废气	1	厂界	大气污染物综合排放标准 GB16297-1996	颗粒物	1.0	环评中要求的执行标准
			天津市地方标准《工业企业挥发性有机物排放控制标准》(DB12/524-2014) 中 5 中无组织排放浓度限值要求	VOCs	2.0	
废水	1	全厂污水总排放口	《化学合成类制药工业水污染物排放标准》GB21904-2008 中表 2 要求的限值	pH 值	6~9	/
				化学需氧量	100mg/L	
				氨氮	20mg/L	
				总磷	1.0mg/L	
				总氮	30mg/L	
				悬浮物	50mg/L	
				色度	50	
				五日生化需氧量	20mg/L	
				总有机碳	30mg/L	
				急性毒性	0.07mg/L	
2	雨水排放口	/	化学需氧量、氨氮、pH 值	/	/	
厂界噪声	1	厂界 1#~8#点	《工业企业厂界环境噪声排放标准》GB12348-2008 中 2 类标准	昼间	60dB(A)	环评中要求的执行标准
				夜间	50dB(A)	

注：4t/h 燃气锅炉已经停用，不监测。

六、委托监测

根据我公司的实际情况，我公司目前不具备手工监测的能力，将委托社会第三方有资质的监测机构（山西华涵净环境检测有限公司）监测。

七、信息记录和报告

（一）信息记录

1、手工监测记录

（1）采样记录：采样日期、采样时间、采样点位、混合取样的样品数量、采样器名称、采样人姓名等。

（2）样品保存和交接：样品保存方式、样品传输交接记录。

（3）样品分析记录：分析日期、样品处理方式、分析方法、质控措施、分析结果、分析人姓名等。

（4）质控记录：质控结果报告单。

2、自动监测运维记录

包括自动监测系统运行状况、系统辅助设备运行状况、系统校准、校验工作等；仪器说明书及相关标准规范中规定的其他检查项目；校准、维护保养、维修记录等。

3、生产和污染治理设施运行状况

记录监测期间排污单位及各主要生产设施运行状况（包括停机、启动情况）、产品产量、主要原辅料使用量、取水量、主要燃料消耗量、燃料主要成分、污染治理设施主要运行状态参数、污染治理主要药剂消耗情况等。日常生产中上述信息也需整理成台账保存备查。

4、固体废物（危险废物）产生与处理状况

记录监测期间各类固体废物和危险废物的产生量、综合利用量、处置量、贮存量、倾倒丢弃量，危险废物还应详细记录其具体去向。

（二）信息报告

排污单位应编写自行监测年度报告，年度报告至少应包含以下内容：

- 1、监测方案的调整变化情况及变更原因；
- 2、排污单位及各主要生产设施全年运行天数，各监测点、各监测指标全年监测次数、超标情况、浓度分布情况；
- 3、按要求开展的周边环境质量影响状况监测结果；
- 4、自行监测开展的其他情况说明；
- 5、排污单位实现达标排放所采取的主要措施。

八、自行监测信息公开

（一）公布方式

1、我公司将按要求及时向朔州市环境保护局报送自行监测信息，在朔州市环保局网站向社会公布自行监测信息。

2、我公司将通过本单位厂区外的电子屏幕公开自行监测信息。

（二）公布内容

1、基础信息：排污单位名称、法定代表人、所属行业、地理位置、生产周期、联系方式、委托监测机构名称等；

2、自行监测方案（排污单位基础信息、自行监测内容如有变更，应重新编制自行监测方案，报生态环境主管部门备案并重新公布）；

3、自行监测结果：全部监测点位、监测时间、污染物种

类及浓度、标准限值、达标情况、超标倍数、污染物排放方式及排放去向；

4、未开展自行监测的原因；

5、自行监测年度报告；

6、其他需要公布的内容。

（三）公布时限

1、手工监测数据于每次监测完成后的次日公布，公布日期不跨越监测周期；

2、自动监测数据实时公布，废气自动监测设备产生的数据为每 1 小时均值；

3、2022 年 1 月底前公布 2021 年度自行监测年度报告。