

# 2021 年自行监测方案

单位名称：山西新诺生物科技有限公司

编制时间：2021 年 7 月 19 日

# 目 录

一、排污单位概况.....	1
(一) 排污单位基本情况介绍.....	1
(二) 生产工艺简述.....	2
(三) 污染物产生、治理和排放情况.....	8
二、排污单位自行监测开展情况.....	13
(一) 自行监测方案编制依据.....	13
(二) 监测手段和开展方式.....	14
(三) 自动监测情况.....	14
三、监测内容.....	14
(一) 大气污染物排放监测.....	14
(二) 水污染物排放监测.....	16
(三) 厂界噪声监测.....	16
(四) 土壤环境质量监测.....	18
(五) 排污单位周边环境质量监测.....	17
四、自行监测质量控制.....	17
(一) 手工监测质量控制.....	17
(二) 自动监测质量控制.....	19
五、执行标准.....	18

## 一、排污单位概况

### (一) 排污单位基本情况介绍

1、山西新诺生物科技有限公司成立于2017年2月28日，公司注册资本1000万元人民币，总占地面积26668 m<sup>2</sup>，合40亩，位于怀仁市金沙滩医药产业园区内，经度113° 10' 26.83"，纬度39° 50' 13.49"。我公司供热取暖由怀仁市金沙滩园区统一提供。公司致力于高附加值、高技术含量和高品质精细化学品的开发、生产和销售。公司现有员工42人，其中大专以上学历专业技术人员人，并拥有多位在化工行业具备多年实践经验的管理人员，所有项目技术均自主开发，开发出一系列具有竞争力的精细化中间体。

4-氨基-2, 6-二甲氧基嘧啶为株状结晶，熔点150~152℃。溶于甲醇、乙醇、热水、热乙酸乙酯、热苯和热乙醚。用于合成磺胺类抗菌药磺胺二甲氧嘧啶和赛甲氧星的重要中间体，该产品用途广泛，因其产品质量稳定，消耗少、污染少、价格适宜，市场前景很广阔。

山西新诺生物科技有限公司2017年投资3000万元于山西省怀仁市金沙滩医药产业园区玉龙化工厂内新建年产规模：600吨，设计生产能力：年产600吨，实际生产能力：年产600吨4, 6-二甲氧基-2-氨基嘧啶建设项目。建设内容为嘧啶胺生产车间，辅助厂房、仓库、食堂及其他配套设施。在怀仁市发展和改革委员会以怀发改备案【2017】129号文对本项目予以备案。

2 新诺生物科技有限公司成立于2017年2月28日。山西清泽阳光环保科技有限公司2017年9月编制完成了《山西新诺生物科技有

限公司新建嘧啶胺生产线建设项目环境影响报告书》（报批本），朔州市环境保护局于 2017 年 11 月 10 日以朔环审[2017]056 号文《山西新诺生物科技有限公司新建嘧啶胺生产线建设项目环境影响报告书的批复》予以批复。2018 年 9 月 19 日取得排污许可证，许可证编号为：91140624MAOHAKDQ7G，有效期为自 2018 年 9 月 19 日起至 2021 年 9 月 18 日止。

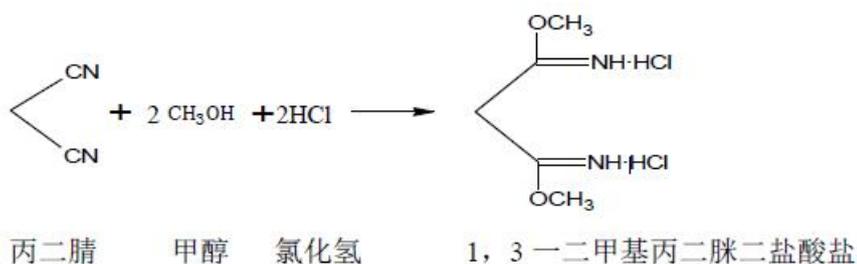
## （二）生产工艺简述

山西新诺生物科技有限公司新建嘧啶胺生产线建设项目生产工艺如下所述：

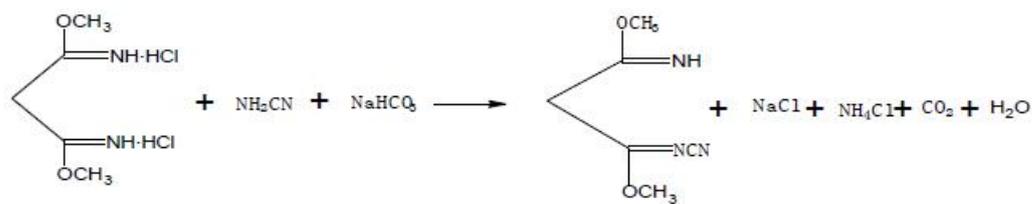
### 2.1 反应原理

该项目生产采用“亚胺化+亲核加成+重排环合+精制”工艺生产工业级二甲氧基嘧啶胺。主要反应方程式如下：

1、亚胺化反应：制备 1, 3-二甲氧基丙二脒二盐酸盐

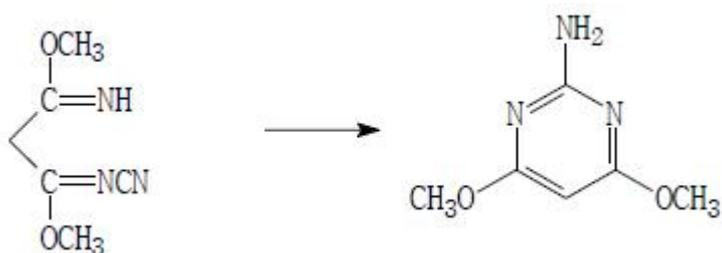


2、亲核加成反应：制备 3-亚氨基-3-甲氧基-N-氰基-2-丙脒



单氰胺 小苏打 3-亚氨基-3-甲氧基-N-氰基-2-丙脒

3、重排环合：产品二甲氧基嘧啶胺



2.2 工艺流程及产污环节分析

(1) 本项目主产品生产分为亚胺化反应、亲核加成反应、重排环合反应、产品精制4个步骤。工艺流程图见图1-1。

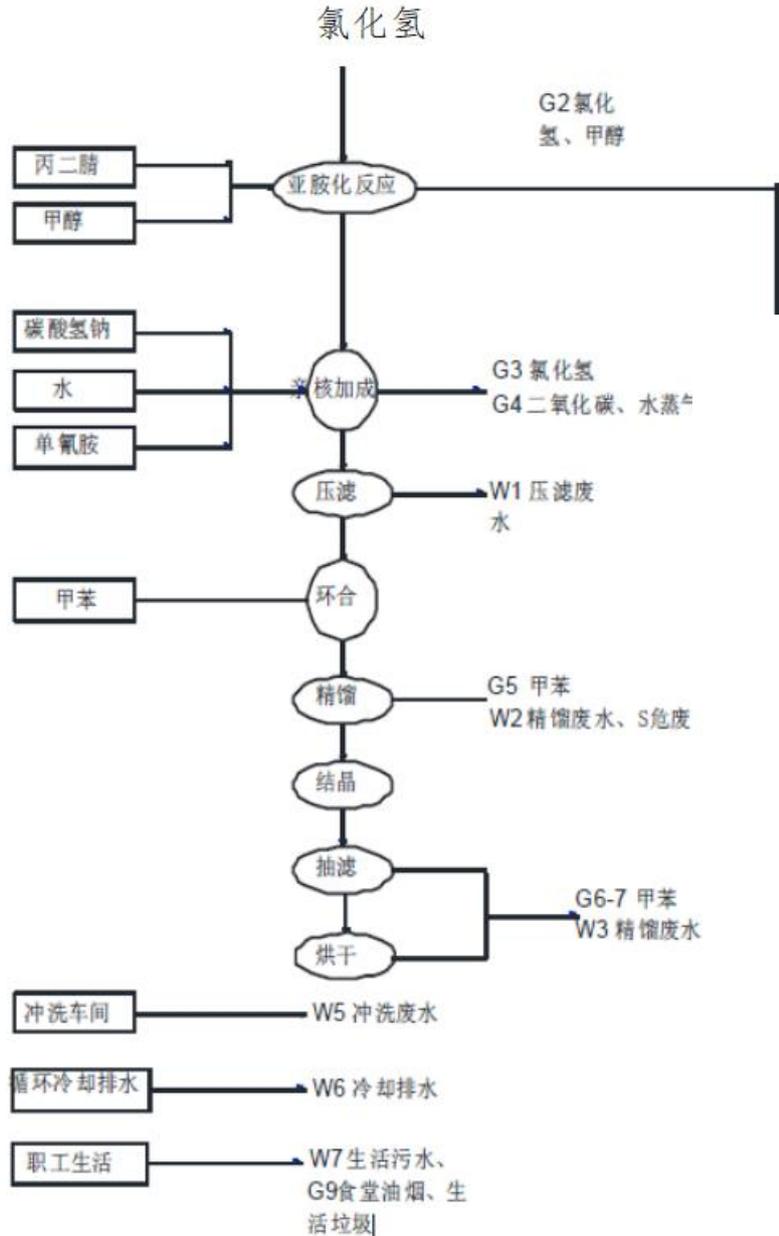


图 1-1 生产工艺流程图

①亚胺化反应

开启上料真空泵，将加热熔融后的丙二腈和甲醇真空抽入亚胺化反应釜，抽料完成后关闭真空，反应釜中通入高纯氯化氢气体反应15小时，反应釜夹套中通CaCl<sub>2</sub>冷盐水，保持反应温度在35-45℃。丙二腈、甲醇和氯化氢反应生成1,3-二甲基丙二脒二盐酸盐。亚胺化反

应中氯化氢过量，未反应的氯化氢抽入文丘里管内，由盐酸罐内的酸液进行循环吸收。反应中甲醇转化率81.5%，反应收率90.37%。

### ②亲核加成反应

将亚胺化反应釜中的物料用N<sub>2</sub>保护压入亲核加成反应釜，开启上料真空泵抽入30%单氰胺，抽料完成后关闭真空，投入小苏打反应约4小时，夹套中通冷盐水控制温度在20℃左右。反应生成中间产物3-亚氨基-3-甲氧基-N-氰基-2-丙脒。亲核加成反应中单氰胺过量，单氰胺转化率98%，反应收率34.95%。亲核加成反应完成后放料至板框压滤机，通新鲜水冲洗，用水量为1t水/t产品，冲洗后压滤去除含盐废水。压滤后的中间产物进离心脱水机进一步脱水。

### ③环合反应

将离心干燥后的3-亚氨基-3-甲氧基-N-氰基-2-丙脒和甲苯投入打浆釜，通入甲苯，打好的浆料滴加入环合釜中，通蒸汽加热维持温度在120℃左右，反应时间约为4小时，生成二甲氧基嘧啶胺粗品，环合反应转化率95%。

### ④产品精制

#### a精馏

将环合釜中物料打入精馏釜，打开罗茨真空机组进行负压精馏，夹套中通入蒸汽加热，110℃开始出甲苯，蒸出的甲苯经一级冷凝后进接收釜，接收釜夹套中通冷盐水（冷盐水为-18℃）。罗茨真空机组与甲苯接收罐相连，将甲苯由接收釜抽入甲苯接收罐内供装置循环使用。精馏釜130℃以上开始出粗品，关闭罗茨真空机

组与甲苯接收罐相连的泵，打开与接收釜相连的泵，精馏出的粗品经一级冷凝后进接收釜（与出甲苯时是同一套冷凝器和接收釜），接收釜夹套内一直通冷盐水直到精馏工序完成。精馏工段抽真空废气经缓冲罐缓冲后，进冷凝器通冷盐水冷凝，不凝气经活性炭吸附装置处理后同“氯化氢气体制备工段”碱液喷淋塔的工艺废气一并由15m高排气筒高空排放。

#### b溶解

精馏完成后，关闭罗茨真空机组，接收釜夹套停止通冷盐水，开蒸汽加热，保持釜内物料呈液态。在接收釜中滴加甲苯，粗品溶解后进结晶工序。

#### c结晶、压滤

将接收釜内粗品打入结晶釜结晶，先水冷后深冷，结晶好的物料打入压滤机压滤出的甲苯进甲苯接收槽，供装置循环使用。抽滤工段采用文丘里抽真空泵，抽真空废气与精馏工段抽真空废气一并处理。

#### ⑤产品干燥

抽滤后的产品二甲氧基嘧啶胺收集去干燥车间的双锥干燥器，双锥干燥器夹套内通热水对产品进行干燥。干燥后的产品包装出售。每批次的精馏残渣由储罐暂存，10批次后由氮气打入精馏釜，提升精馏温度到150℃，对残渣进一步精馏，精馏处的粗品经一级冷凝后进接收釜，加甲苯溶解然后进行结晶压滤，得到粗品。粗品外售，残渣作为危废处理。本项目副产品为亚磷酸，三氯化磷与水

反应生成的亚磷酸溶液经减压蒸馏精制后获得98%的亚磷酸结晶。

蒸馏工段产生的气体经冷凝后进入盐酸接收罐，剩余气体进入氯化氢气体降膜塔进行吸收，最终未吸收气体进入碱液喷淋塔后由15m高排气筒排放。

### (三) 污染物产生、治理和排放情况

#### 1、废气

本项目有组织废气包括亚胺化反应釜上料抽真空废气、亲核加成反应釜上料抽真空废气、亲核加成反应釜废气、精馏工段抽真空废气、抽滤工段与双锥烘干抽真空废气以及亚磷酸溶液蒸馏工段废气。无组织废气包括盐酸罐、甲苯贮罐、甲醇贮罐等产生的呼吸气体。详情见表 1-1。

表 1-1 废气产排污节点、污染物及治理设施信息表

类别	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
废气	亚胺化反应釜	上料抽真空	甲醇、氯化氢	有组织	经密闭管线通入碱液喷淋塔吸收处理，由15m高排气筒排放	DA001	废气排放口	15m	一般排放口
	亲核加成反应釜	上料抽真空	氯化氢、甲醇						
	亲核加成反应釜	尾气	氯化氢、甲醇、CO2						
	亚磷酸蒸馏釜	亚磷酸溶液蒸馏工段	氯化氢		蒸馏气体经水冷后进入盐酸罐，余气经氯化氢尾气降膜吸收塔吸收后，尾气经密闭管线通入碱液喷淋塔吸收理，由15m高排气筒排放				

精馏釜	精馏工 段抽真 空	甲苯		经“二级盐水深冷+活性炭附”处理后，经密闭管线通入碱液喷淋塔吸收处理。	DA002	废气 排放 口	/	一般 排放 口
文丘里抽 真空泵	抽滤工 段抽真 空	甲苯		管线通入碱液喷淋塔吸收处理。				
双锥干燥 器	干燥工 段	甲苯						
盐酸储 罐、各反 应釜	盐酸储 罐、各 反应釜 小呼吸 气体	甲醇、氯 化氢、甲 苯	无组 织	罐体降温，保持气密性良好，防止泄漏	/	/	/	/

## 2、废水

我公司废水主要包括：生活污水和生产废水，其中生产废水包括工艺废水、车间地面冲洗废水、循环水系统排水。

### (1) 生活废水

①该项目定员 50 人，三班轮换制，每班人数为 15 人，用水量按照 80L/人·d 计，消耗量为 4.0m<sup>3</sup>/d（1200m<sup>3</sup>/a）。排水量按照用水量 80%计算，排水量为 3.2 m<sup>3</sup>/d（960m<sup>3</sup>/a）。本项目生活废水进入玉龙化工污水处理厂处理。

②本项目设置食堂，食堂用水按照 30 L/人·d 计，消耗量为 1.5m<sup>3</sup>/d（450m<sup>3</sup>/a）。排水量按照用水量 70%计算，排水量为 1.05 m<sup>3</sup>/d（315m<sup>3</sup>/a）。食堂废水经隔油池处理后与生活污水一起进入玉龙化工污水处理厂处理。

(2) 生产废水：项目生产废水包括工艺废水、车间地面冲洗废水和循环水系统排水。

①工艺废水：

a. 板框压滤工段

本项目压滤工段冲洗废水产生量为 1387.19kg/批，3.679m<sup>3</sup>/d，主要污染物为 PH、COD、氨氮、全盐量等。

b. 精馏工段

精馏工段甲苯接收槽内会有部分的水被蒸馏出并与甲苯分层，水量为 0.105m<sup>3</sup>/d，主要污染物为甲苯。

c. 抽滤、烘干工段

抽滤、烘干工段甲苯接收槽内会有部分的水被蒸馏出并与甲苯分层，水量为 0.0014m<sup>3</sup>/d，主要污染物为甲苯。

d. 碱液喷淋塔废碱液

项目产生的氯化氢废气经碱液喷淋塔吸收处理，采用 32%的氢氧化钠溶液，测量 pH≤9 时更换碱液，废碱液年产生量 3.68 m<sup>3</sup>/d，主要污染物为 PH。

②车间地面冲洗废水：产生量为 0.48m<sup>3</sup>/d，主要污染物为 CODCr、氨氮等。

本项目依托玉龙化工厂污水处理站，废水经管线收集后进入厂区东南侧的污水池，在园区污水处理厂建成前，通过管道进入玉龙化工厂的污水处理站，达标后用于送往怀仁市热源厂四期工程用作脱硫除尘补充水；园区处理厂建成后，由园区污水园区污水处理厂集中处理。

③循环水系统排水：项目循环冷却水需定期排污，排水量为循环量的 1%，循环水系统排水量为 12m<sup>3</sup>/d，全盐量约为 1200mg/L，满

足标准要求汇入本项目雨水管网排放。

我单位废水产排污节点、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	排放口编号	排放口类型
生活污水	pH、CODCr、NH3-N、动植物油、LAS	食堂废水经隔油池处理后与生活污水通过污水管线进入玉龙化工污水处理站	不外排	/	/
生产废水	pH、CODCr、NH3-N、全盐量	废碱液、压滤工段废水以及其余废水通过管线进入厂区东南侧污水池，再通过管线收集进玉龙化工污水处理站进行预处理+生化处理，达标后用于送往怀仁市热源厂四期工程用作脱硫除尘补充水；园区处理厂建成后，由园区污水园区污水处理厂集中处理。	不外排	/	/

### 3、噪声

我公司噪声主要为制冷机组、风机、冷却塔、真空泵等设备工作时产生的噪声主。选用高效低噪产品，高噪声设备如制冷机组、风机设置在车间内利用厂房隔声，对泵类及风机连接处采用柔性接头等措施降低声源源强。对于冷却塔噪声采用基础减振等。设备管道采取防振、防冲击措施以减轻振动噪声，并考虑输送管道转向等重点部位，减小空气动力噪声。厂区合理布局，在总图布置时考虑了声源方向性和厂房阻挡、绿化等因素，进行合理布局，进一步降低了厂界噪声。我公司噪声设备源及治理措施信息详见表 1-3。。

表 1-3 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
厂房	真空泵	连续	减振、厂房隔声
	冷却塔	连续	减振

	风机	连续	厂房隔声
	制冷机组	连续	减振、厂房隔声

#### 4、固体废物

我公司产生的固体废弃物主要是生活垃圾：按照《第一次全国污染源普查-城镇生活源产排污系数手册》中生活垃圾排放系数 0.5kg/人.d 计，生活垃圾产生量为 7.5t/a，委托环卫部门及时清运。固体废物产生及处理处置信息详见表 1-4。

表 1-4 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	生活	生活垃圾	7.5	环卫部门清运

#### 5、危险废物

我公司产生的危险废弃物主要包括：盐酸除雾器废滤芯、硫酸干燥塔废硫酸、硫酸除雾器废滤芯、精馏釜的精馏残渣、活性炭吸附罐废活性炭、废包装桶。

##### (1) 危险固废产生及处置情况

①除雾器废滤芯：盐酸除雾器和硫酸除雾器用于去除氯化氢气体中的酸雾，滤芯为含硅材料，每 3 月更换一次，废滤芯年产生量为 0.005t/a，危废代码 HW34（900-349-34）。

②硫酸干燥塔废硫酸：本项目亚胺化反应需要高纯度氯化氢气体，因此氯化氢气体用浓硫酸进行干燥，浓硫酸吸附水分后稀释为稀硫酸，浓硫酸浓度为 70%时不再具有吸水性，需进行更换，更换后的稀硫酸可作为化工原料进行外售。本项目稀硫酸产生量为 9.06 t/a。

③精馏釜残渣：项目精馏釜釜渣成分主要为未反应的 3-亚氨基

-3-甲氧基-N-氰基-2-丙脒以及少量的水分、二甲氧基嘧啶胺和甲苯等，产生量为 3.012t/a，危废代码 HW11（900-013-11）。

④活性炭吸附罐废活性炭：项目有机废气采用活性炭纤维吸附装置进行处理，废活性炭产生量为 9.44t/a，危废代码 HW49（900-039-49）。

⑤原料包装桶：项目丙二腈、甲苯、甲醇等原料均采用桶装，使用完毕的包装桶由厂家运回使用，因生锈、破裂产生的废包装桶属于危险固废，产生量约 0.05t/a，危废代码 HW49（900-041-49）。

项目危废委托广灵金隅水泥有限公司处置。

表 1-5 危险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
危险废物	盐酸除雾器和硫酸除雾器 1	废滤芯	0.005	广灵金隅水泥有限公司处置
	精馏釜	精馏釜残渣	3.012	
	活性炭吸附罐	废活性炭	9.44	
	原料包装桶	包装桶	0.05	
	硫酸干燥塔	废硫酸	9.06	外售

## 二、排污单位自行监测开展情况

### （一）自行监测方案编制依据

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

2、本次自行监测方案依据《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》（HJ883-2017）编制。

## （二）监测手段和开展方式

- 1、监测手段：我单位所有项目监测均采用手工监测方式。
- 2、开展方式：委托监测。

## （三）自动监测情况

按照《排污单位自行监测技术指南 总则》（HJ819-2017）和《排污单位自行监测技术指南 化学合成类制药工业》（HJ883-2017）编制中规定，我单位需安装流量自动监测系统。

## 三、监测内容

### （一）大气污染物排放监测

#### 1、监测内容

监测点位、监测项目及监测频次见表 3-1。

表 3-1 废气污染源手工监测内容一览表

序号	污染源类型	污染源名称	排放口编号	监测点位	监测项目	监测频次	样品个数
1	固定源 废气	亲核加成反应 釜尾气	DA001	排气筒上	氯化氢	1次/年	非连续 采样至 少3个
		干燥工段废气	DA002		甲醇	1次/年	
					甲苯	1次/年	
2	厂界 无组织	/	/	厂界外上 风向1个 参照点，下 风向4个 监测控点	甲醇、 氯化氢、 甲苯	1次/半年	连续采 样至少3 个

#### 2、手工监测点位示意图

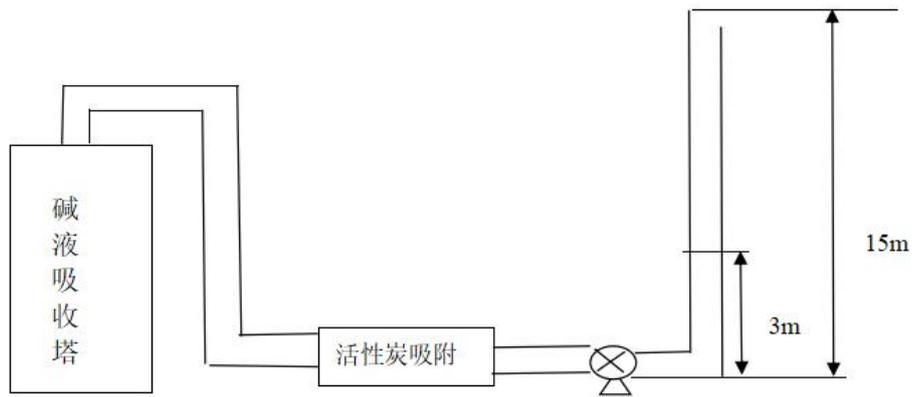


图 3-1 废气监测点位示意图 (DA001)

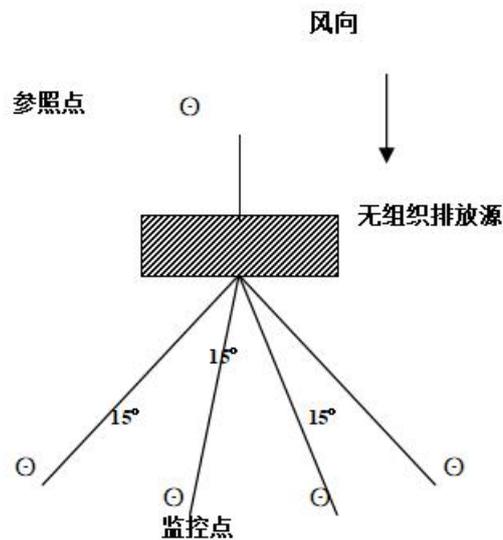


图 3-2 厂界无组织监测点位示意图

### 3、手工监测方法及使用仪器

废气污染物手工监测方法及使用仪器情况见表 3-2。

表 3-2 废气污染物手工监测方法及使用仪器一览表

序号	监测项目	采样方法及依据	样品保存方法	监测方法及依据	仪器设备名称和型号	检出限
1	氯化氢 (无组织)	《大气污染物无组织排放监测技术导则》 (HJ/T55-2000)	/	环境空气和废气 氯化氢的测定 离子色谱法 HJ549-2016	空气/智能综合采样器	0.02mg/m <sup>3</sup>
2	甲醇 (无组)			固定污染源排气中甲醇的测定 气相色谱	100mL 玻璃注射器	2mg/m <sup>3</sup>

	织)			法 HJ/T 33-1999		
3	甲苯 (无组织)			环境空气 苯系物的 测定 固体吸附热脱 附气相色谱法 HJ583-2010	空气/智 能综合采 样器	5.0*1 0-4 mg/m3
4	氯化氢 (有组织)	《固定源废气监 测技术规范》 (HJ/T397-2007)		固定污染源废气 氯 化氢的测定 硝酸银 容量法 HJ548-2016	FY-YQ201 智能烟尘 (气) 测 试仪	2mg/m 3
5	甲醇 (有组织)			固定污染源排气中甲 醇的测定 气相色谱 法 HJ/T 33-1999	100mL 玻 璃注射器	2mg/m 3
6	甲苯 (有组织)			《空气和废气监测分 析方法》第四版 活性炭吸附二硫化碳 解吸-气相色谱法	FY-YQ201 智能烟尘 (气) 测 试仪	1.5*1 0-3 mg/m3

## (二) 水污染物排放监测

### 1、监测内容

我公司的废水主要为生活污水和生产废水。食堂废水经隔油池处理后与生活污水通过污水管线进入玉龙化工污水处理站，废碱液、压滤工段废水以及其余废水通过管线进入厂区东南侧污水池，再通过管线收集进玉龙化工污水处理站进行预处理+生化处理，达标后用于送往怀仁市热源厂四期工程用作脱硫水除尘补充水；园区处理厂建成后，由园区污水园区污水处理厂集中处理，废水不外排因此我公司废水不需监测。

## (三) 厂界噪声监测

### 1、监测内容

厂界噪声监测内容见表 3-7。

表 3-7 厂界噪声监测内容一览表

监测点位	监测项目	监测频次	监测方法及依据	方法检出限	仪器设备名称和型号
------	------	------	---------	-------	-----------

院界四周共 布设4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》 (GB12348-2008)中 1类标准	HS6288 智能 声级计	以监测合同为 准
----------------------	---------	-----------------------	---	---------------------	-------------

## 2、监测点位示意图

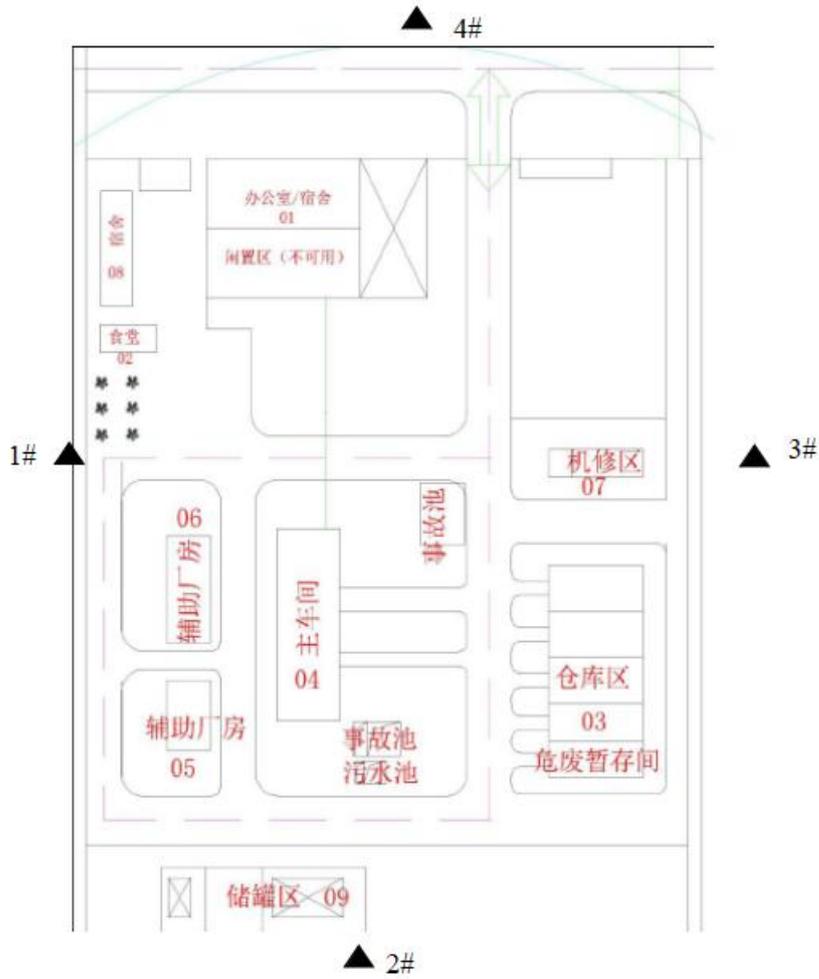


图 3-3 噪声监测点位示意图

#### **（四）土壤环境质量监测（土壤污染重点监管单位）**

我单位不属于土壤污染重点监管单位，项目“环评”及“批复”均未要求对土壤进行监测，因此我公司不对土壤环境进行监测。

#### **（五）排污单位周边环境质量监测**

我单位不属于周边环境重点监管单位项目，“环评”及“批复”均未要求对周边环境质量进行监测，因此我公司不对周边环境质量进行监测。

### **四、自行监测质量控制**

#### **（一）手工监测质量控制**

1、监测机构和人员要求：接受委托任务的社会环境监测单位必须取得检验检测机构资质并在有效期内，并在山西省生态环境厅备案。

2、监测分析方法要求：采用国家标准方法、行业标准方法或国家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，监测前后按规范定期校准。

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）及修改单、《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）、《地表水和污水监测技术规范》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）、《污水监测技术规范》（HJ 91.1-2019）、《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《工业企业厂界环境噪声排放标准》（GB12348-2008）、《声环境质量标准》（GB3096-2008）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、手工监测时生产负荷应不低于本次监测与上一次监测周期内的平均生产负荷。

8、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”。

## （二）自动监测质量控制

按照《排污单位自行监测技术指南 总则》（HJ819-2017）和《排污单位自行监测技术指南 化学合成类制药工业》（HJ883-2017）中规定，我单位无需安装自动监测系统。

## 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	标准限值	标准来源
					浓度限值 (mg/Nm <sup>3</sup> )	
污染源类型	1	亲核加成反应釜尾气	大气污染物综合排放标准 GB 12697-1996	氯化氢	100	排污许可证
				甲醇	190	
	2	干燥工段废气		甲苯	40	
无组织废气	1	厂界		氯化氢	0.2	
				甲醇	12	
				甲苯	2.4	
厂界噪声	1	工业场地厂界 1#~4#点	《工业企业厂界环境噪声排放标准》 GB12348-2008 中 2 类标准	昼间	60	
				夜间	50	