

# 2024 年自行监测方案

单位名称：怀仁市普惠生物科技有限公司

编制时间：2024 年 1 月

## 一、排污单位概况

### (一) 排污单位基本情况介绍

怀仁市普惠生物科技有限公司新建年产 18000 吨农药、医药中间体综合项目（一期工程），建设地点位于怀仁经济技术开发区生物医药园区内。建设规模为年产 2-氯-5-氯-甲基噻唑 10000 吨。本项目厂址北侧为山西怀仁天瑞玉龙污水处理有限公司、南侧及东侧为空地、西侧为在建中的山西东马生物医药科技有限责任公司。

本项目在怀仁经济技术开发区生物医药园区内进行建设，本次建设内容主要包括新建一座年产 10000 吨 2-氯-5-氯甲基噻唑生产车间，配套设施包括污水处理站、原料罐区、各类物料仓库、办公楼等。

根据怀发改函[2020]8 号文可知：其中一期工程建设内容为年产 10000 吨 2-氯-5-氯-甲基噻唑生产车间一座，配套建设污水处理站、原料罐区、物料仓库、冷却水塔、冰机车间、消防泵房及消防水池、综合办公楼、停车场、厂区道路等；二期建设内容为年产 2000t4-苯氧基-2,6-二异丙基苯基硫代异氰酸酯生产车间一座；年产 2000t3-戊酮生产车间一座；三期建设内容为年产 2000t5-氯-2,3-二氟吡啶生产车间一座。

2019 年 5 月，怀仁市普惠生物科技有限公司正式委托山西清泽阳光环保科技有限公司进行环境影响评价。2021 年 11 月 18 日，山西省生态环境厅以晋环审批函[2021]465 号文对本项目环评报告书进行了批复。

待本项目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

2-氯丙烯硫代异氰酸酯（以下简称异酯）的合成：

①**硫酸氢铵溶解**：向硫氰酸铵溶解釜中加入 4000L 纯水，通过提升机把固体结晶状硫氰酸铵 2125kg 投入硫氰酸铵储存仓，自动计量给料进入硫氰酸溶解釜，投料完毕后开启硫氰酸铵溶解釜搅拌系统，升温 20-50℃（蒸汽夹套间接加热、蒸汽不与物料接触），溶解 0.5h 后溶解完毕，然后将硫氰酸铵溶液转料到异酯合成釜。

②**异酯合成**：用泵将原料罐区 2，3-二氯丙烯储罐内的 2.5t 的 2，3-二氯丙烯泵入 2，3-二氯丙烯高位槽中备用；将硫氰酸铵溶液中转罐的物料通过泵打

入异酯合成反应釜后，启动搅拌常压下用蒸汽缓慢升温至 50-70℃（蒸汽夹套间接加热、蒸汽不与物料接触），回流状态下开始从 2, 3-二氯丙烯高位槽中滴加 2, 3-二氯丙烯，控制滴加时间 4-6h 左右，滴加结束，升温至 100℃左右常压保温 5-8h（蒸汽夹套间接加热、蒸汽不与物料接触）进行异酯合成反应，反应结束后将反应釜内的物料降温至 75-85℃左右（循环水夹套进行降温，循环水不与物料进行接触），降温结束后转料到异酯分层釜。

本装置共有 5 座异酯合成釜，向 1#异酯合成釜完成投料后，间隔 2h-2.5h 后向 2#异酯合成釜进行投料；间隔 2h-2.5h 后向 3#异酯合成釜进行投料；间隔 2h-2.5h 后向 4#异酯合成釜进行投料；间隔 2h-2.5h 后向 5#异酯合成釜进行投料。

③异酯分层：5 座异酯合成釜反应合成后的物料依次进入两座异酯分层釜进行静置分层。

将异酯分层釜中定量加入 1m<sup>3</sup>新鲜水，开启搅拌 0.5h，停止搅拌 1h 后进行常压静置分层，其中下层料层（异酯粗品）转至异酯蒸馏釜，上层氯化铵盐水层去水中转罐（36.8%氯化铵水溶液），水中转罐中的液体主要成分是氯化铵（进入三效蒸发装置处理后析出氯化铵，该部分氯化铵的含水率约 30%，该部分氯化铵进入离心机进行脱水处理，离心脱水后的氯化铵含水率约 10%，离心过程中产生的离心液进入三效蒸发装置继续蒸发处理，氯化铵固体经塑料袋包装后作为复合肥原料外售给肥料加工企业）。

④异酯蒸馏：2-氯丙烯硫代异氰酸酯粗品通过转料泵转至异酯蒸馏釜，在 -0.088MPa 条件下，缓慢用蒸汽升温（蒸汽夹套加热，蒸汽不与物料接触）通过两级冷凝器冷凝收集前馏份 2, 3-二氯丙烯，收集后到 2, 3-二氯丙烯接收罐返回 2, 3-二氯丙烯高位槽，最后进入异酯合成釜套用；控制温度在 80-100℃（蒸汽夹套加热，蒸汽不与物料接触）时通过两级冷凝器冷凝收集馏分得 2-氯丙烯硫代异氰酸酯精品，冷凝回收的 2-氯丙烯硫代异氰酸酯精品到后馏份接收罐，然后用转料泵将异酯精品转移到异酯中转罐，蒸馏持续时间为 8-10h；蒸馏结束后通入氮气平衡负压并进行保护，放出蒸馏残渣采用专用的密闭容器收集后在厂区内危险废物暂存间进行暂存，最后委托有资质的单位进行收集处置。

异酯合成工序的化学反应式如下：



## 2-氯-5-氯甲基噻唑合成

①**噻唑合成**：用转料泵将原料罐区硫酰氯储罐内 1.115t 的硫酰氯泵入生产车间内的硫酰氯高位槽中进行备用；用转料泵将罐区溶剂甲苯（或回收甲苯）泵入生产车间内的甲苯高位槽 1.8t 进行备用（甲苯为溶剂，不参与反应）；将异酯中间罐内的异酯精品泵入异酯高位槽 1.0t 进行备用。

本装置共有 10 座异酯合成釜，向 1#噻唑合成釜完成投料后，间隔 1h-1.5h 后向 2#噻唑合成釜进行投料；间隔 1h-1.5h 后向 3#噻唑合成釜进行投料；间隔 1h-1.5h 后向 4#噻唑合成釜进行投料；间隔 2h-2.5h 后向 5#噻唑合成釜进行投料，依次进行类推。

通过甲苯高位槽及异酯高位槽向噻唑合成釜中加入甲苯、异酯，开始从硫酰氯高位槽滴加硫酰氯，控制噻唑合成釜为常压，冷冻水降温（冷冻水盘管降温，冷冻水不与物料进行接触）至 25-28℃左右进行滴加，滴加结束后，升温至 30℃保温反应 4h（蒸汽夹套间接加热、蒸汽不与物料接触），物料反应完毕后，通过转料泵将噻唑合成釜内的物料转料到噻唑脱气釜；反应产生的废气进入酸气吸收处理装置。

②**噻唑脱气**：启动真空泵，脱气釜缓慢带负压，控制真空在-0.02-0.03MPa，将噻唑脱气釜内的物料缓慢升温到 50-80℃（蒸汽夹套间接加热、蒸汽不与物料接触），继续搅拌 3-5h 直到脱气完毕，脱气完毕后的物料通过转料泵转料到噻唑脱溶釜；真空泵脱出来的气体主要是 HCl 和 SO<sub>2</sub>，经四级氨水喷淋塔进行净化处理。

氨水喷淋吸收酸性废气生成的硫酸铵和氯化铵混合溶液（混盐溶液浓度为 37.8%）进入三效蒸发装置处理后析出氯氨及硫铵，该部分混盐的含水率约 30%，该部分混盐同样进入离心机进行脱水处理，离心脱水后的混盐的含水率约 10%，离心过程中产生的离心液进入三效蒸发装置继续蒸发处理，混盐固体经塑料袋包装后作为复合肥原料外售给肥料加工企业。

③**噻唑脱溶**：打开脱溶釜冷凝器循环水、冷冻水的进出口阀门，一级冷凝为循环水，二级冷凝为-15℃冷冻水，开启回收甲苯接收罐真空阀门，蒸馏系统负压至-0.085MPa，将甲苯脱尽，时间大约 12-14h，蒸馏釜温度到 80-90℃，停止脱溶，打开循环水使反应釜内温度降至 40℃（循环水夹套降温，循环水不与物

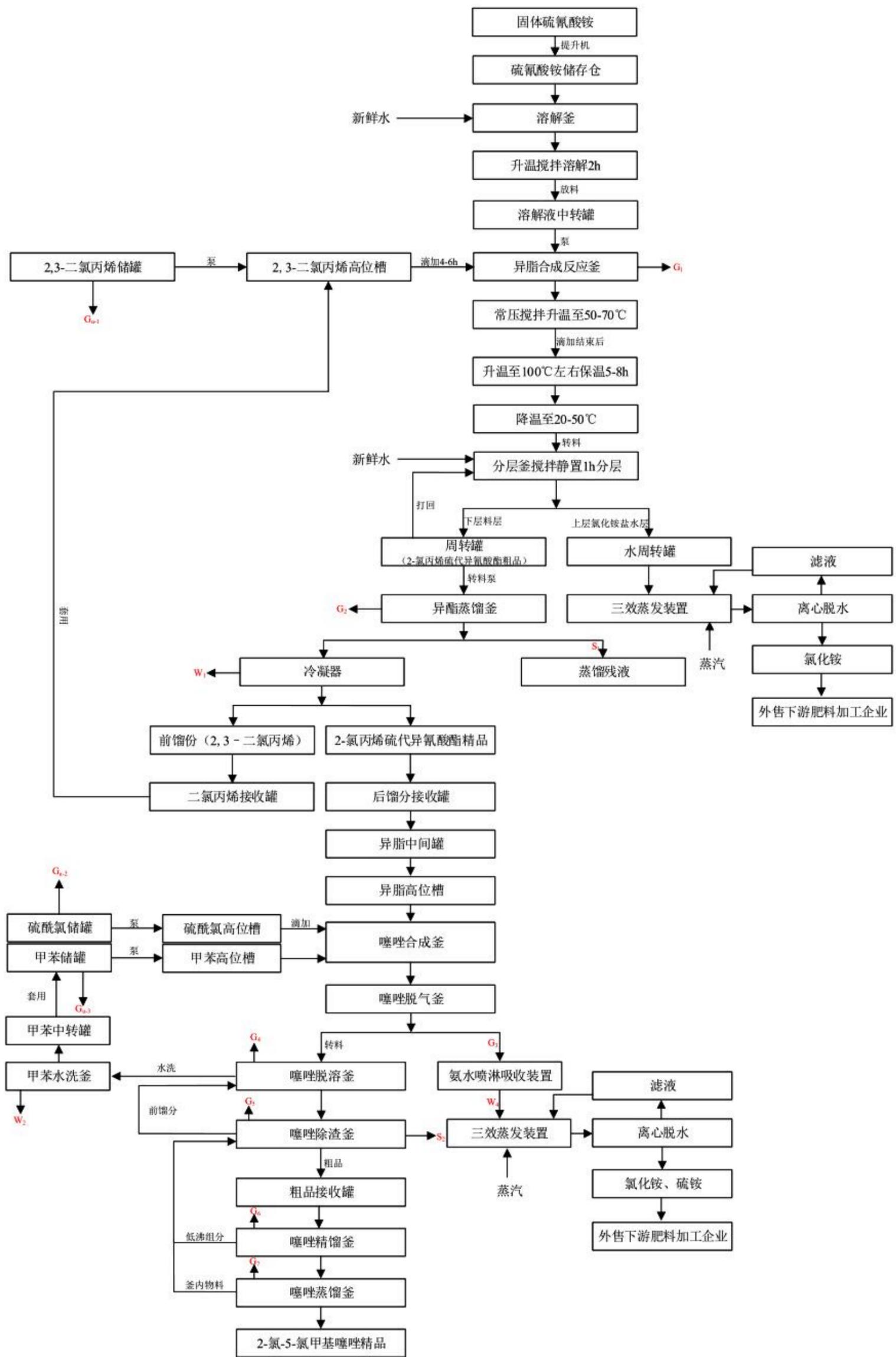
料进行接触)。脱出的甲苯经水洗后套用。

④**甲苯水洗**：噻唑脱溶脱出的甲苯使用转料泵泵至甲苯水洗釜对甲苯进行水洗，甲苯水洗采用新鲜水。常温常压条件下向甲苯水洗釜加入定量的新鲜水 500L 后开启搅拌系统搅拌 0.5h，搅拌完毕后甲苯水洗釜内的物料静置 0.5h 进行静置分层，分层后上层油相为甲苯，回收甲苯进入甲苯中转罐，最后进入甲苯高位槽进行套用，下层水相继续套用于甲苯水洗，连续套用三次后的甲苯水洗废水进入污水处理站进行处理。

⑤**噻唑除渣**：将噻唑脱溶釜内的脱溶后工艺流体通过重力作用全部转移至噻唑除渣釜，缓慢升温并减压蒸馏（蒸汽夹套间接加热、蒸汽不与物料接触，真空度控制在-0.088Mpa 左右），观察气相管路上温度，气相温度 80-90℃之前为前馏分（前馏分主要成分是甲苯及少量的噻唑），返回甲苯脱溶釜进行再次脱溶。保持噻唑除渣内真空度不变（-0.088Mpa），当气相温度 >90℃后得到噻唑粗品，切换至噻唑粗品接收罐中，12-14h 后噻唑除渣工序结束，通入氮气平衡负压并进行保护，蒸馏残液采用专用的密闭容器收集后在厂区内危险废物暂存间进行暂存，最后委托有资质的单位进行收集处置。

⑥**噻唑精馏**：采用转料泵将噻唑粗品接收罐中的噻唑粗品泵入噻唑精馏釜，缓慢升温减压精馏（蒸汽夹套间接加热、蒸汽不与物料接触，真空度控制在-0.098Mpa 左右），收集低沸组分（低沸组分主要是甲苯为微量的异酯），经甲苯水洗处理后套用至噻唑脱溶釜；持续精馏 6-10h 后精馏结束，通入氮气平衡负压进行保护，精馏釜内物料通过转料泵转移到噻唑后处理釜。

⑦**噻唑处理**：噻唑精馏釜内物料转移到噻唑处理釜后，在于-0.03MPa 条件下，对噻唑后处理釜进行缓慢加热升温（蒸汽夹套间接加热、蒸汽不与物料接触）。00-80℃、-0.03Mpa 条件下持续保温 5-8h，取样分析酸度 ≤2%，降温到 40℃放到中转槽再转移到混合包装釜。



本项目运营期生产工艺流程及产排污环节图

(三) 污染物产生、治理和排放情况

表 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	污染物	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	1#工艺有机废气及污水站排放口	非甲烷总烃、总挥发性有机物、甲苯、臭气浓度、氨(氨气)、硫化氢	活性炭吸附脱附+催化燃烧 生物除臭+活性炭吸附装置	1	DA001	主要排放口	15	0.5
		2#噻唑合成废气排放口	二氧化硫, 氯化氢, 甲苯	六级氨水喷淋吸收装置	1	DA002	主要排放口	30	0.8
		4#锅炉废气排放口	二氧化硫, 氮氧化物, 烟气黑度, 颗粒物	低氮燃烧	1	DA004	主要排放口	10	0.6

表 2 废水产生、治理和排放情况一览表

废水来源	工序	废水量(m <sup>3</sup> /a)	污染物名称	治理措施	排放方式与去向
2-氯-5-	厂区内真空系统产生的排水	2003.65	COD、甲苯、SS、氨氮	铁碳微电解+芬顿氧化+混凝沉淀+	经厂区污水处理

氯-甲基 噻唑生 产线	甲苯水洗工序产生的洗涤废水	3665	COD、甲苯、SS、氨氮	水解酸化+EGSB 反应+A/O。	站处理达标后,通过开发区污水管网排入该污水处理厂进行处理;生活污水经化粪池处理后排入污水管网;软水装置排水排入污水管网。
	异酯分层工序产生的分层废水	21413.9 (三效蒸发后 15630)	COD、SS、氨氮、盐分	三效蒸发+铁碳微电解+芬顿氧化+ 混凝沉淀+水解酸化+EGSB 反应 +A/O。	
	碱液喷淋吸收塔产生的废水	23774.41 (三效蒸发后 14782)	COD、SS、氨氮、盐分		
生产车间地面冲洗过程中产生的地面冲洗废水		171.6	COD、SS、氨氮	直接进入生化废水站。	
软水系统排水		15230	盐类	进入污水管网。	
生活污水		2112	COD、SS、NH3-N	化粪池处理后直接进入污水管网	
进入污水处理系统综合废水		36251.71	COD、甲苯、SS、氨氮	预处理后进入厂区污水处理站生化处理。	
直接排入污水管网废水		11520	盐类	排入污水管网。	
直接排入污水管网废水		2112	COD、SS、NH3-N	化粪池处理后直接进入污水管网	

表 3 固体废物及危废产生、治理和排放情况一览表

序号	名称	产生工序	形态	主要成分	产生量	种类判断
----	----	------	----	------	-----	------

						判定依据
1	蒸馏釜残	异酯蒸馏釜	糊状	有机杂质等	103	生产过程产生的废弃物。
2	除渣残渣	异酯除渣釜	糊状	有机杂质等	3997.6	
3	废包装材料	硫酰氯储存	固态	编织袋、铁桶	1	
4	废水处理污泥	污水处理站	糊状	剩余污泥	8	污染控制设施产生的垃圾、蒸发残留物、污泥。
5	废活性炭	废气处理	固态	有机物	10	废气处理过程产生的废物。
6	废催化剂	废气处理	固态	催化剂	0.15	废气处理过程产生的废物。
7	氯化铵	三效蒸发	固态	氯化铵	5783.9	三效蒸发装置产生的废物
	混盐			氯化铵、硫铵	8992.41	
8	职工生活垃圾	生活办公	固态	废纸张等	16.5	办公产生的废弃物质。

项目实际建设中，主要建设内容、生产设备及环保设施均按照环评及环评批复进行了建设，实际建设与环评相比无变化。

## 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 2021 年重点排污单位名录》，本单位属于非重点排污单位；依据《固定污染源排污许可分类管理名录》（2019 年版），本单位为重点管理单位。

### 2、排污单位自行监测技术指南及排污许可证申请与核发技术规范

- (1)《排污单位自行监测技术指南 总则》（HJ819-2017）；
- (2)《排污许可管理办法（试行）》（环境保护部令 第 48 号）；
- (3)《排污许可证申请与核发技术规范 总则》（HJ942-2018）；
- (4)《企业自行监测方案编制指南（2021 版）》；
- (5)《排污许可证申请与核发技术规范 制药工业—原料药制造》（HJ858.1-2017）。

### (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手工监测+在线监测，手工开展方式为委托监测，手工监测委托有检测资质并在有效期内的监测单位代为开展监测。

自动监测项目废水排放口 pH、COD、氨氮。

委托监测项目为 3 个有组织废气排放口、厂界无组织废气监测、废水总排口的监测以及厂界噪声的监测。

如更改监测手段或开展方式，需重新编制自行监测方案。

### (三) 自动监测情况

表 4 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	废水总排口	pH	-	聚光科技（杭州）股份有限公司	否	否	聚光科技（杭州）股份有限公司
2		化学需氧量	COD-2000	聚光科技（杭州）股份有限公司	否	否	
3		氨氮	TGH-SN 型	中绿环保科技股份有限公司	否	否	

### (四) 实验室建设情况

我单位采取的自行监测手段为自动监测+手工监测，手工开展方式为委托监测，因此，我单位无实验室。

### 三、监测内容

#### (一) 废气监测

##### 1、废气监测内容

废气主要来源于 1#废气排放口、2#废气排放口、4#锅炉废气排放口，共计 3 个有组织废气排放口，所有废气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 5。

表 5 废气污染源监测内容一览表

序号	污染源名称	排放口名称	监测点位	监测项目	监测频次	样品个数	测试要求
1	1#工艺有机废气及污水站排放口	DA001	废气排放口监测孔	非甲烷总烃、总挥发性有机物、甲苯、臭气浓度、氨（氨气）、硫化氢	1次/月，1天/次，3次/天	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
2	2#噻唑合成废气排放口	DA002	废气排放口监测孔	氯化氢、二氧化硫、甲苯	1次/年，1天/次，3次/天	非连续采样至少3个	
3	4#锅炉废气排放口	DA004	废气排放口监测孔	颗粒物、烟气黑度、二氧化硫 氮氧化物	1次/年，1天/次，3次/天 1次/月，1天/次，3次/天	非连续采样至少3个	
4	/	厂界	厂界外下风向4个监控点	氨、硫化氢、臭气浓度、氯化氢	1次/半年，1天/次，4次/天	非连续采样，至少4个	同期监测温度、气压、风速、风向，记录生产负荷
5	/	厂内	厂房外	挥发性有机物(以非甲烷总烃计)			

## 2、废气监测点位示意图

### (1) 有组织排放监测

本项目共有 3 个大气有组织排放口，按照《大气污染物无组织排放监测技术导则》(HJ/T55-2000)、《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) 中的要求进行。有组织废气监测布点如下：

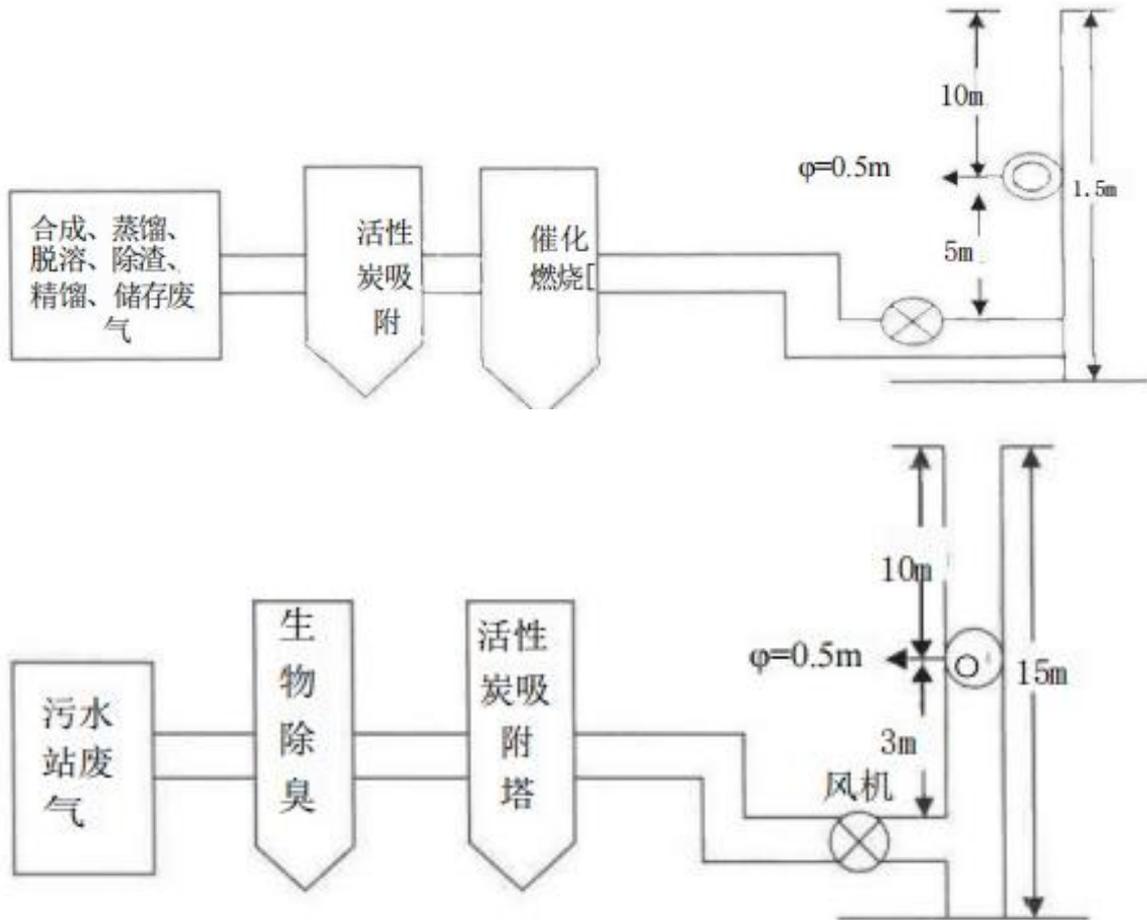


图 1 1#工艺有机废气及污水站排放口

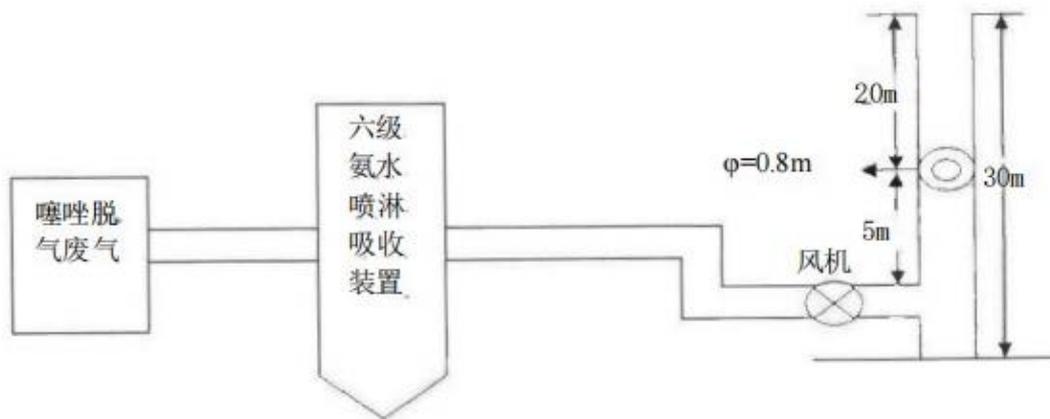


图 2 2#噻唑合成废气排放口

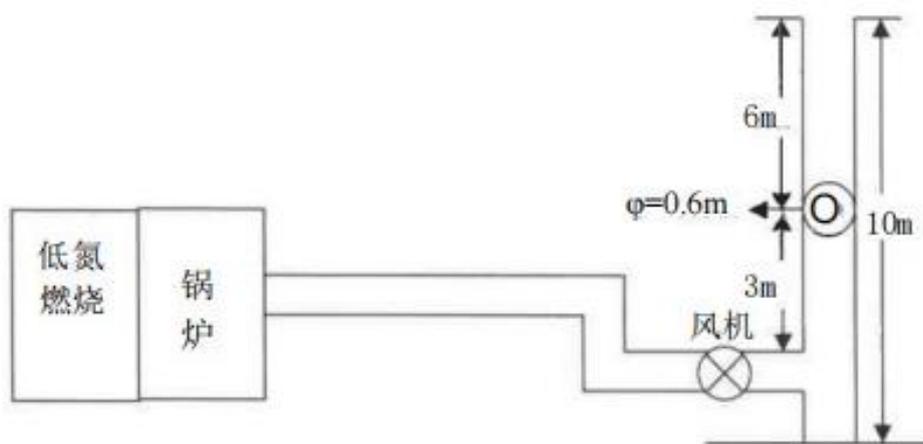


图 3 4#锅炉废气排放口

## (2) 无组织排放监测点位

本项目厂界废气无组织监测按照《大气污染物综合排放标准》(GB16297-1996) 布设，即厂界外 20m 处下风向设监控点。

厂界无组织监测布点见如下：

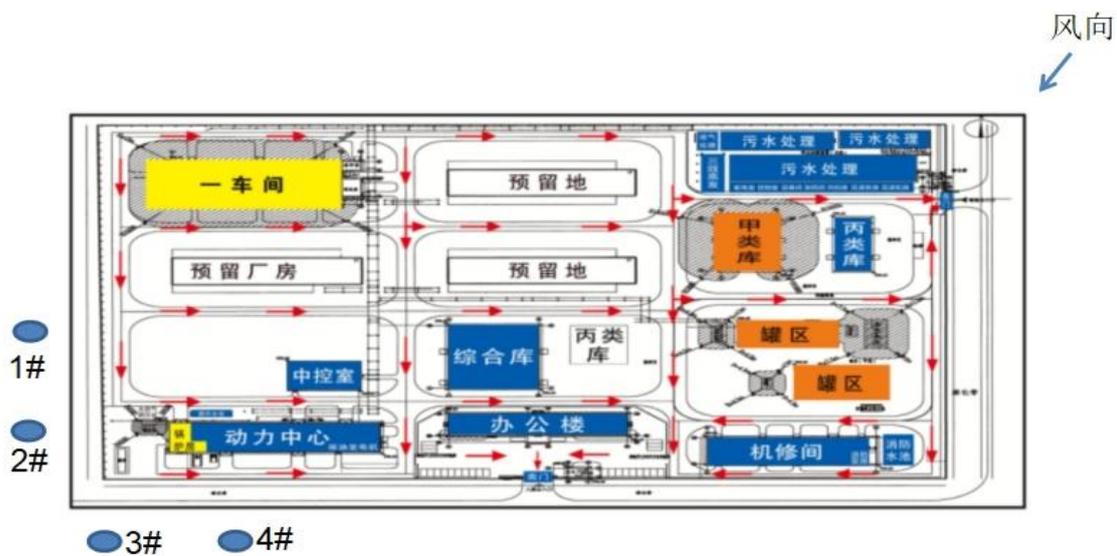


图 4 厂界无组织废气监测点位示意图

### 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 6。

表 6 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	监测分析及依据	方法检出限 (mg/m <sup>3</sup> )	监测仪器设备名称和型号
1	有组织废气	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
2		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 气相色谱仪 7890B
3		HCL	环境空气和废气 氯化氢 的测定 离子色谱法	/	环境空气和废气 氯化氢 的测定 离子色谱法(HJ 549-2016	/	色谱仪
4		二氧化硫	固定污染源废气 二氧化 硫的测定 非分散红外 吸收法 HJ 629-2017	/	固定污染源废气 二氧化 硫的测定 非分散红外吸 收法 HJ 629-2017	3mg/m <sup>3</sup>	HN-CK21D 红外烟气分析仪
5		氮氧化物	固定源废气监测技术规 范 HJ/T 397-2007	/	固定污染源废气 氮氮化 物的测定	3mg/m <sup>3</sup>	HN-CK21D 红外烟气分析仪

					非分散红外吸收法 HJ 693-2014		
6		臭气浓度	大气无组织排放监测技 术导则 HJ/T 55-2000	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	大气无组织排放监测技 术导则 HJ/T 55-2000	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
8		硫化氢	大气无组织排放监测技 术导则 HJ/T 55-2000	避光保存	空气质量 硫化氢 甲硫醇 甲硫醚 二甲二硫的测定 气相色谱法 GB/T14678-1993	0.001	分光光度计 7230G
9		颗粒物	固定污染源排气中颗粒 物测定与气态污染物采 样方法 GB/T 16157-1996	密封妥善保存	固定污染源排气中颗粒物 测定与气态污染物采样方 法 GB/T 16157-1996	20	①ZR3260D\低浓度自动烟 尘烟气综合测试仪(17 版) ②万分之一电子天平
10		烟气黑度					
11	无组 织废	颗粒物	环境空气 总悬浮物颗粒 物的测定 重量法	/	环境空气 总悬浮物颗粒 物的测定 重量法	0.001	环境空气颗粒物综合采样 器

	气		GB/T15432-95		GB/T15432-95		
12		臭气浓度	大气无组织排放监测技术导则 HJ/T 55-2000	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
13		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
14		硫化氢		避光保存	空气质量 硫化氢 甲硫醇 甲硫醚 二甲二硫的测定 气相色谱法 GB/T14678-1993	0.001	分光光度计 7230G
15		非甲烷总 烃		常温避光保存	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	0.07	ZR3920 型环境空气综合采样器，气相色谱仪
16		HCL		/	环境空气和废气 氯化氢的测定 离子色谱法(HJ 549-2016	/	色谱仪

## (二) 废水监测

本项目所有生产废水经厂内污水站处理后最终进入怀仁市天瑞玉龙污水处理有限公司污水处理厂处理。

### 1、 废水监测内容

废水监测点位、监测项目及监测频次见表 7。

表 7 废水污染物手工监测内容一览表

污染源名称	监测项目	监测点位	手工监测采样方法及个数	监测频次	排放节点名称	排放方式和排放去向
DW001	二氯甲烷、硝基苯类、急性毒性、总氰化物、总锌、甲苯、悬浮物、挥发酚、苯胺类、化学需氧量、pH 值、总磷、总铜、氨氮、总氮	废水出口	瞬时采样 至少 3 个瞬时样	1 次/季, 1 次/天, 1 天 4 次	废水总排口	城市污水处理厂

表 8 废水污染物自动监测内容一览表

序号	排放口编号	监测点位	监测项目	监测频次	测试要求
1	DW001	总排口	化学需氧量	每 2 小时 1 次, 在线故障时采用手工监测, 1 次/6 小时	同步监测工况负荷、流量等
2			氨氮	每 2 小时 1 次, 在线故障时采用手工监测, 1 次/6 小时	同步监测工况负荷、流量等
3			pH	每 2 小时 1 次, 在线故障时采用手工监测, 1 次/6 小时	同步监测工况负荷、流量等

### 2、 监测点位示意图

废水监测点位具体见图 5。

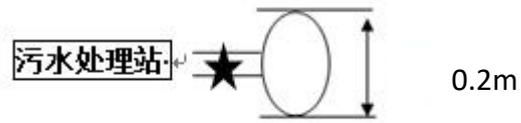


图 5 废水监测点位

### 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 9。

表9 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	地表水和 污水监测 技术规范  HJ/T 91-2002	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	氨氮在线分析仪	
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	化学需氧量在线分析 仪	
4	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 AUJ220D	
5	总氮		用 H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 酸化, pH 1-2	碱性过硫酸钾消解紫外分光光度法 HJ636-2012	0.05mg/L	紫外可见分光光度计 T6	
6	总磷		1~5℃冷藏	钼酸铵分光光度法 GB/T11893-1989	0.01mg/L	可见分光光度计 722	
7	二氯甲烷		-	水质 挥发性卤代烃的测定 顶空气相色谱 法	1.3 mg/L	气相色谱仪	
8	硝基苯类		4℃冷藏, 避光, 充满, 7 天内萃取	水质 硝基苯、硝基甲苯、硝基氯苯、二 硝基甲苯的测定气相色谱法	0.057 μg/L	气相色谱仪	

9	急性毒性		-	水质 急性毒性的测定 发光细菌法	-	-
10	总氰化物		加 NaOH 到 PH $\geq$ 9,1-5℃ 冷藏	水质 氰化物的测定 流动注射-分光光度法(HJ823-2017)	0.004 mg/L	分光光度计 T6
11	总锌		14d	水质 锌的测定 双硫脲分光光度法 GB/T 7472-1987	0.01 mg/L	分光光度计 T6
12	甲苯		4℃ 保存, 充满样品瓶	水质 苯系物的测定 气相色谱法 GB/T 11890-1989	0.3 $\mu$ g/L	气相色谱仪
13	挥发酚		4℃ 冷藏, 加磷酸使 PH=4, 加硫酸铜使在样品含量为 1g/L	水质 挥发酚的测定 4-氨基安替比林分光光度法 HJ 503-2009	0.0003mg/L	分光光度计 T6
14	苯胺类		4℃ 冷藏	水质苯胺类化合物的测定 N-(1-萘基)乙二胺偶氮分光光度法	0.057 $\mu$ g/L	分光光度计 T6
15	总铜		14d	水质 铜的测定 二乙基二硫代氨基甲酸钠分光光度法 HJ 485—2009 代替 GB7474—87	0.01 mg/L	分光光度计 T6
16	流量		/	流速仪法 HJ/T 91-2002	/	旋杯流速仪 LS45A

### (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 10。

表 10 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	方法检出限	仪器设备名称和型号
厂界北侧 1#、厂界东侧 2#、厂界南侧 3#、厂界西侧 4#	Leq	1 次/季度， 1 天/次，每天昼夜各一次	《工业企业厂界环境噪声排放标准》 (GB12348-2008) 2 级标准	35dB (A)	多功能声级计 AWA5680

#### 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 6。

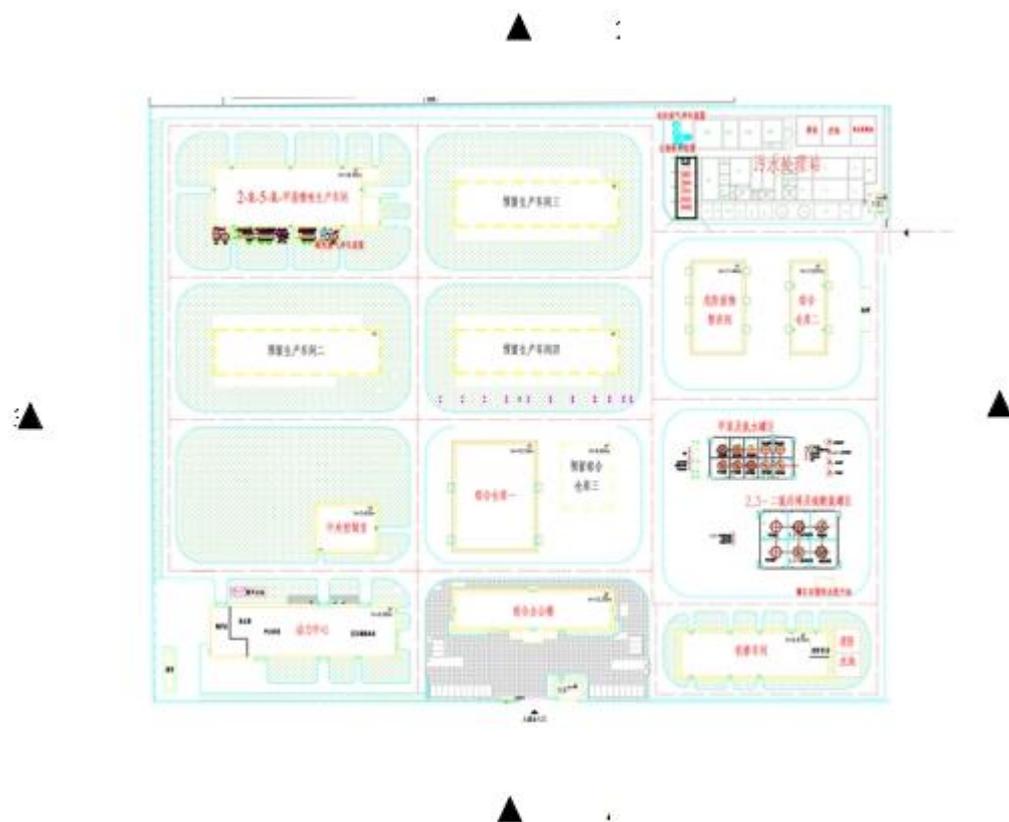


图 6 厂界噪声监测点位示意图

### (四) 排污单位周边环境质量监测

根据环评报告及其批复要求，企业周边环境质量监测需对污水处理站南侧（M1）、罐生产车间东南（M2）、机修车间东南（M3）水井进行地下水环境质量监测。

1、监测点位、监测项目、监测频次

表 11 监测点位、指标、频次一览表

监测类别	点位对象	监测项目	监测时间及频次
地下水	污水处理站南侧（M1） 罐生产车间东南（M2） 机修车间东南（M3）	pH、总硬度、硫酸盐、高锰酸盐指数、氨氮、硝酸盐氮、亚硝酸盐氮、氟化物、细菌总数、总大肠菌群、砷、汞、铁、锰， 水位	每年枯、丰两个水期各监测 1 次、水位每月 1 次

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 12。

表 12 企业周边环境质量监测分析及使用仪器一览表

监测类别	监测项目	采样方法依据	样品保存方法	分析方法及依据	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 GB/T5750.4-2006	/	pH 计	
	氨氮		用 H2SO4 酸化，pH1~2，1~5℃	纳氏试剂分光光度法 GB/T5750.5-2006	0.02mg/L	紫外可见分光光度计	
	硝酸盐氮		1~5℃保存	紫外分光光度法 GB/T5750.5-2006	0.2 mg/L	离子色谱仪	
	亚硝酸盐氮		原样保存	重氮偶合分光光度法 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 GB/T5750.4-2006	0.002 mg/L	紫外可见分光光度计	

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
	氰化物		加 NaOH 到 pH≥9 1—5℃ 冷藏	异烟酸—吡唑啉酮分光光度法 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 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	乙二醇四乙酸二钠滴定法 GB/T5750.4-2006	1.0 mg/L	滴定管	
	氰化物		原样保存	离子选择电极法 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 GB/T5750.4-2006	/	电热鼓风干燥箱 分析天平	
	耗氧量		1—5℃ 暗处冷藏	酸性高锰酸钾滴定法 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） GB/T5750.5-2006	5 mg/L	离子色谱仪	
	氯化物		原样保存	硝酸银容量法 GB/T5750.5-2006	1.0 mg/L	离子色谱仪	
	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 GB/T5750.6-2006	0.3 μg/L	原子荧光光谱仪	
地	汞	地下水	硝酸-重铬酸	原子荧光光度法	0.04 μg/L	原子荧光光谱仪	以

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
下水		环境监测技术规范 HJ/T 164-2004	盐	GB/T5750.6-2006			委托监测报告为准
	铁		加硫酸-硫酸铵	火焰原子吸收分光光度法 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 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 GB/T5750.6-2006	2.5μg/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 GB/T5750.6-2006	0.5μg/L	石墨炉原子吸收光谱仪	
	总大肠菌群		1—5℃ 冷藏	滤膜法 GB/T5750.12-2006	/	电热恒温培养箱	
	菌落总数		1—5℃ 冷藏	平皿计数法 GB/T5750.12-2006	/	电热恒温培养箱	

#### 四、自行监测质量控制

排污单位应建立自行监测质量管理制度，按照相关技术规范要求做好监测质量保证与质量控制工作。委托取得检验检测资质的社会环境监测单位代为开展自行监测的，排污单位不需建立监测质量体系，但必须对社会环境监测单位的资质进行严格确认，对社会环境监测单位的现场监测工作进行全程监督，并留存监督证据。以下质量保证措施需要根据自测方案的监测内容进行增减，确保质量保证措施覆盖所有的监测环节。

## （一）手工监测质量保证

（1）监测机构和人员要求：排污单位自测机构应当在山西省生态环境厅备案，自测机构的监测人员应当在山西省生态环境厅备案；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环保部推荐方法。

（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）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）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）（2020年3月24日开始实施）、《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）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

1、运维要求：委托运维，由聚光科技（杭州）股份有限公司负责运行和维护。

2、废气污染物自动监测要求：按照《固定污染源烟气（SO<sub>2</sub>、NO<sub>x</sub>、颗粒物）排放连续监测技术规范》（HJ75-2017）和《固定污染源烟气（SO<sub>2</sub>、NO<sub>x</sub>、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）（2020年3月23日止）、《水污染源在线监测系统（COD<sub>Cr</sub>、

NH<sub>3</sub>-N 等) 运行技术规范》(HJ355-2019) (2020 年 3 月 24 日起)、《水污染源在线监测系统数据有效性判别技术规范》(HJ/T356-2007) (2020 年 3 月 24 日止)、《水污染源在线监测系统 (CODCr、NH<sub>3</sub>-N 等) 数据有效性判别技术规范》(HJ356-2019) (2020 年 3 月 24 日起) 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，长期保存。

## 五、执行标准

表 13 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
有组织 废气	1	DA001	农药制造工业大气污染物 排放标准 GB 39727—2020	挥发性有机物	150 mg/m <sup>3</sup>	现行 标准
				非甲烷总烃	100 mg/m <sup>3</sup>	
				甲苯	60 mg/m <sup>3</sup>	
			《恶臭污染物排放标准》 (GB 14554-93)	硫化氢	5 mg/Nm <sup>3</sup>	
				氨(氨气)	30 mg/Nm <sup>3</sup>	
				臭气浓度	2000 (无量纲)	
	2	DA002	农药制造工业大气污染物 排放标准 GB 39727—2020	二氧化硫	200mg/m <sup>3</sup>	
				甲苯	60 mg/m <sup>3</sup>	
				氯化氢	30 mg/m <sup>3</sup>	
	3	DA004	锅炉大气污染物排放标准 DB14 /1929-2019	颗粒物	5 mg/m <sup>3</sup>	
				二氧化硫	35 mg/m <sup>3</sup>	
				氮氧化物	50 mg/m <sup>3</sup>	
烟气黑度				1 级		
无组织 废气	4	厂界	农药制造工业大气污染物 排放标准 GB 39727—2020	非甲烷总烃 (监控点处 1h 平均浓度 值)	10 mg/m <sup>3</sup>	

废水	5	废水总排口	恶臭污染物排放标准 GB 14554-93	非甲烷总烃 (监控点处任意一次浓度值)	30 mg/m <sup>3</sup>
				氯化氢	0.2 mg/m <sup>3</sup>
				臭气浓度	20 (无量纲)
				氨	1.5mg/m <sup>3</sup>
				硫化氢	0.06mg/m <sup>3</sup>
				甲苯	2 mg/L
				pH 值	6-9
			COD	120 mg/L	
			SS	50 mg/L	
			氨氮	25mg/L	
			急性毒性	0.07 mg/L	
			苯胺类	2.0 mg/L	
			二氯甲烷	0.3 mg/L	
			BOD <sub>5</sub>	50 mg/L	
			《化学合成类制药工业水污染物排放标准》(GB 21904-2008)	总有机碳	30 mg/L
总氮(以 N 计)	30 mg/L				
总锌	0.5 mg/L				
挥发酚	0.5mg/L				
总磷	1.0 mg/L				
色度	50				
硝基苯类	2.0 mg/L				
总铜	0.5 mg/L				
总氰化物	0.5 mg/L				
硫化物	1.0 mg/L				
	COD	500 mg/L			

			与污水处理厂协议值	BOD5	200 mg/L
				氨氮	45 mg/L
				总氮（以 N 计）	55 mg/L
				总磷	8 mg/L
				SS	400 mg/L
				TDS	1600 mg/L
				PH	6-9 mg/L
			《污水排入城镇下水道水质标准》(GB/T 31962-2015)	动植物油	100 mg/L
				溶解性总固体	1500 mg/L
			厂界噪声	6	厂界 1-4# 点
夜间 (Leq)	50 dB(A)				
地下水	7	污水处理站南侧 (M1) 罐生产车间东南 (M2) 机修车间东南 (M3)	《地下水质量标准》(GB/T 14848-2017) III类标准	pH	6.5-8.5 mg/L
				氨氮	0.5 mg/L
				亚硝酸盐	1.0 mg/L
				硝酸盐	20.0 mg/L
				挥发酚	0.002 mg/L
				氰化物	0.05 mg/L
				硫酸盐	250 mg/L
				砷	0.01 mg/L
				汞	0.001 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 mg/L				
铁	0.3 mg/L				

				锰	0.1 mg/L	
				溶解性总固 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/100ml	
				菌落总数	100 mg/L	