

2024 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: 2024 年 5 月



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	3
(三) 污染物产生、治理和排放情况	31
二、排污单位自行监测开展情况	44
(一) 自行监测方案编制依据	44
(二) 监测手段和开展方式	44
(三) 自动监测情况	45
三、监测内容.....	45
(一) 大气污染物排放监测	45
(二) 水污染物排放监测	55
(三) 厂界噪声监测	58
(四) 土壤环境质量监测	59
(五) 排污单位周边环境质量监测	59
四、自行监测质量控制	63
(一) 手工监测质量控制	63
(二) 自动监测质量控制	65
五、执行标准.....	65

一、排污单位概况

(一) 排污单位基本情况介绍

1、企业基本情况

地理位置: 山西诺成制药有限公司位于怀仁经济技术开发区医药园内, 地理坐标: 东经 113.1033609°, 北纬 39.5036710°, 诺成制药厂区西距新发村 1.11km, 东距鹅毛河 0.7km, 厂区四周均为园区主干道, 交通方便。

占地面积: 250 亩 (196597.93m²)。

职工人数: 226 人。

行业类别: C271 化学药品原料药制造, C261 基础化学原料制造, C272 化学药品制剂制造。

污染类别: 主要污染类别是生产过程产生的二氯甲烷、甲醇、丙酮、非甲烷总烃、HCl、SO₂、颗粒物废气污染物, 废水 pH、COD、BOD₅、氨氮、总氮、总磷、SS 等废水污染物, 固体废物有蒸馏釜残、过滤废渣、废活性炭、废包装材料、废机油等污染物。

主要产品名称: 大容量注射液、小容量注射液、茚甲氧羰基-N-羟基琥珀酸酰亚胺酯 (FMOC-OSU)、N-茚甲氧羰基-酪氨酸 (叔丁醚) (Fmoc-Tyr (tBu) -OH)、西咪替丁。

设计生产规模: 年产 3000 万瓶大容量注射液、5000 万支小容量注射液、20 吨甘氨酸-谷氨酰胺、5 吨甘氨酸-酪氨酸、5000 万支长春西汀玻璃安瓿小容量注射剂、120 吨茚甲氧羰基-N-羟基琥珀酸酰亚胺酯 (FMOC-OSU)、6 吨 N-茚甲氧羰基-酪氨酸 (叔丁醚) (Fmoc-Tyr

(tBu)-OH) 和 8 吨西咪替丁。

实际生产能力：年产 3000 万瓶大容量注射液、5000 万支小容量注射液、60 吨芴甲氧羰基-N-羟基琥珀酸酰亚胺酯 (FMOC-OSU)、3 吨 N-芴甲氧羰基-酪氨酸 (叔丁醚) (Fmoc-Tyr (tBu)-OH) 和 4 吨西咪替丁。

2、企业环保手续履行情况

山西诺成制药有限公司共有三个生产系统，其中大容量注射液生产线 3 条、小容量注射液生产线 2 条、原料药生产线 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，原朔州市环保局以“朔环函[2008]204 号”文对该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长春西汀玻璃安瓿小容量注射剂建设项目》于 2015 年 8 月编制完成，原怀仁市环保局以怀环函[2015]224 号文对该项目环评给予了批复，由于市场原因该生产线未建设。

《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，原朔州市环境保护局以朔环审[2017]15 号文对该项目环评文件予以批复，由于市场原因该项目一直未生产，故未完成验收。

《山西诺成制药有限公司改扩建年产 2×63 吨氨基酸衍生物系列、年产 2×4 吨西咪替丁原料药产品生产线项目环境影响报告书》于 2021 年 3 月编制完成，朔州市行政审批服务管理局以朔审批函

[2021]59号文对该项目环评文件予以批复。2023年5月，企业完成了自主验收，并于2023年7月5日报送该项目竣工环境保护自主验收信息报送表至朔州市生态环境局备案。

根据《固定污染源排污许可分类管理名录（2019年版）》，诺成制药排污许可属重点管理；2021年10月13日，怀仁经济技术开发区管理委员会行政审批局核发了山西诺成制药有限公司排污许可证，许可编号91140624688085590G001P，2024年2月1日进行了重新申请。有效期自2021年10月13日至2026年10月12日止。

目前，我公司环保设施均按照环评及批复要求建设完成。

（二）生产工艺简述

目前公司建设有生产线情况如下：

序号	生产线	建设情况	批复文号	监测方案适用范围
1	年产3000万瓶大容量注射液生产线三条	已建成，生产中	朔环函 [2008]204号文	本次监测方案适用该生产线及其配套的公辅设施
2	年产5000万支小容量注射液生产线二条	已建成，生产中		
3	年产5000万支长春西汀玻璃安瓶小容量注射剂生产线一条	未建设	怀环函 [2015]224号文	未建设
4	年产20吨N-甘氨酸-L-谷氨酰胺生产线一条	已建成，永久停产（该原料药一车间已被苄甲氧羰基-N-羟基琥珀酰亚胺酯（FMOC-OSU）、N-苄甲氧羰基-酪氨酸（叔丁酯）（Fmoc-Tyr(tBu)-OH）、西咪替丁生产线替代占用）	朔环审 [2017]15号文	已被其他生产线替代，不适用
5	年产5吨N-甘氨酸-L-酪氨酸生产线一条	已建成，永久停产（该原料药一车间已被苄甲氧羰基-N-羟基琥珀酰亚胺酯（FMOC-OSU）、N-苄甲氧羰基-酪氨酸（叔丁酯）（Fmoc-Tyr(tBu)-OH）、西咪替丁生产线替代占用）	朔环审 [2017]15号文	已被其他生产线替代，不适用
6	年产120吨苄甲氧羰基-N-羟基琥珀酰亚胺酯（FMOC-OSU）生产	已建成一条年产60吨的生产线，位于原料药一车间，由于原料药二车间未建设，另一条	朔审批函 [2021]59号文	本次监测方案适用已建成的一条生

	线两条	年产 60 吨的生产线未建设		产线及其配套的公辅设施
7	年产 6 吨 N-苄氧羰基-酪氨酸 (叔丁酯) (Fmoc-Tyr (tBu)-OH) 生产线两条	已建成一条年产 3 吨的生产线, 位于原料药一车间, 由于原料药二车间未建设, 另一条年产 3 吨的生产线未建设	朔审批函 [2021]59 号文	本次监测方案适用已建成的一条生产线及其配套的公辅设施
8	年产 8 吨西咪替丁生产线两条	已建成一条年产 4 吨的生产线, 位于原料药一车间, 由于原料药二车间未建设, 另一条年产 4 吨的生产线未建设	朔审批函 [2021]59 号文	本次监测方案适用已建成的一条生产线及其配套的公辅设施

1、大容量注射液生产工艺流程 (正常生产)

(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。

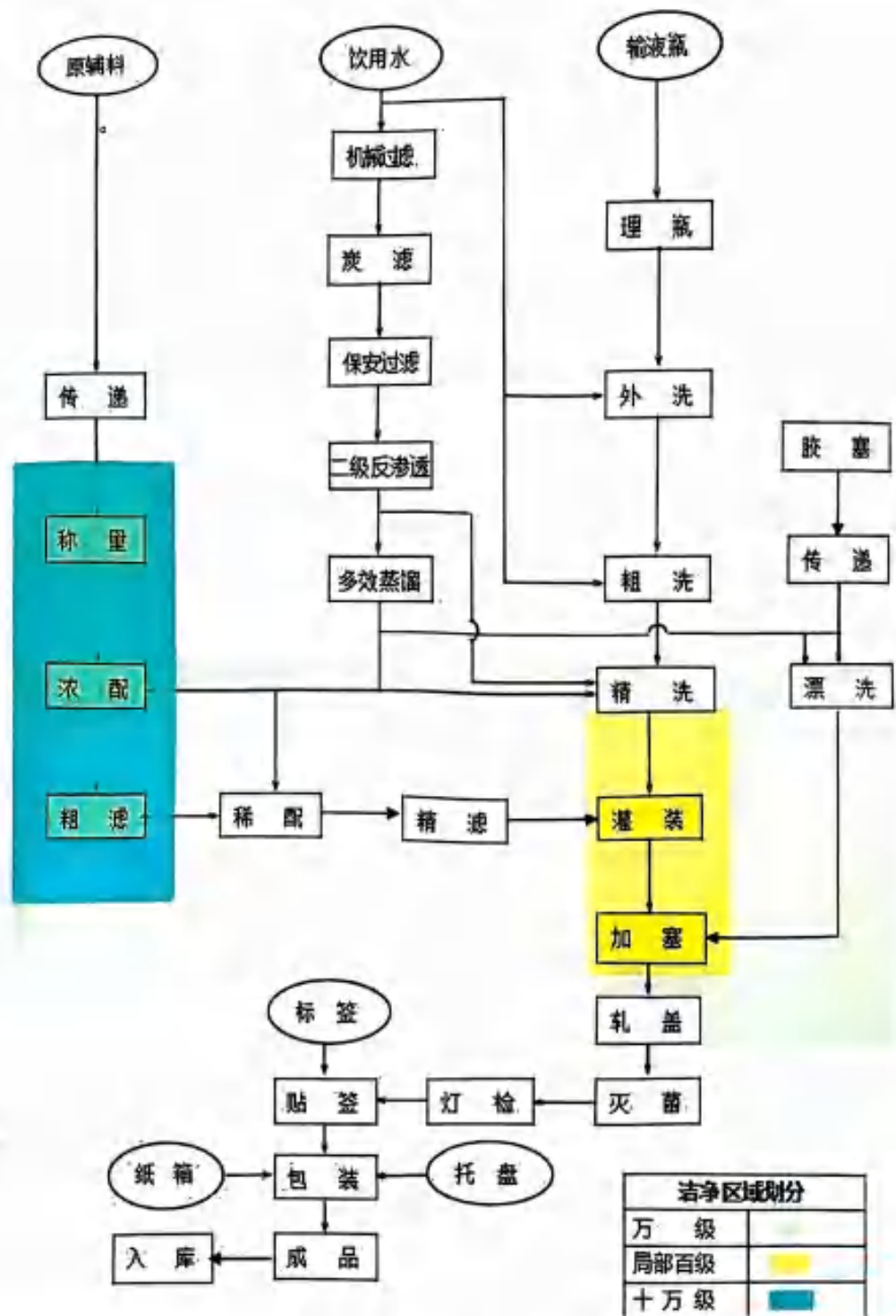


图1 大容量注射液生产工艺流程图

2、小容量注射液生产工艺流程（正常生产）

(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。

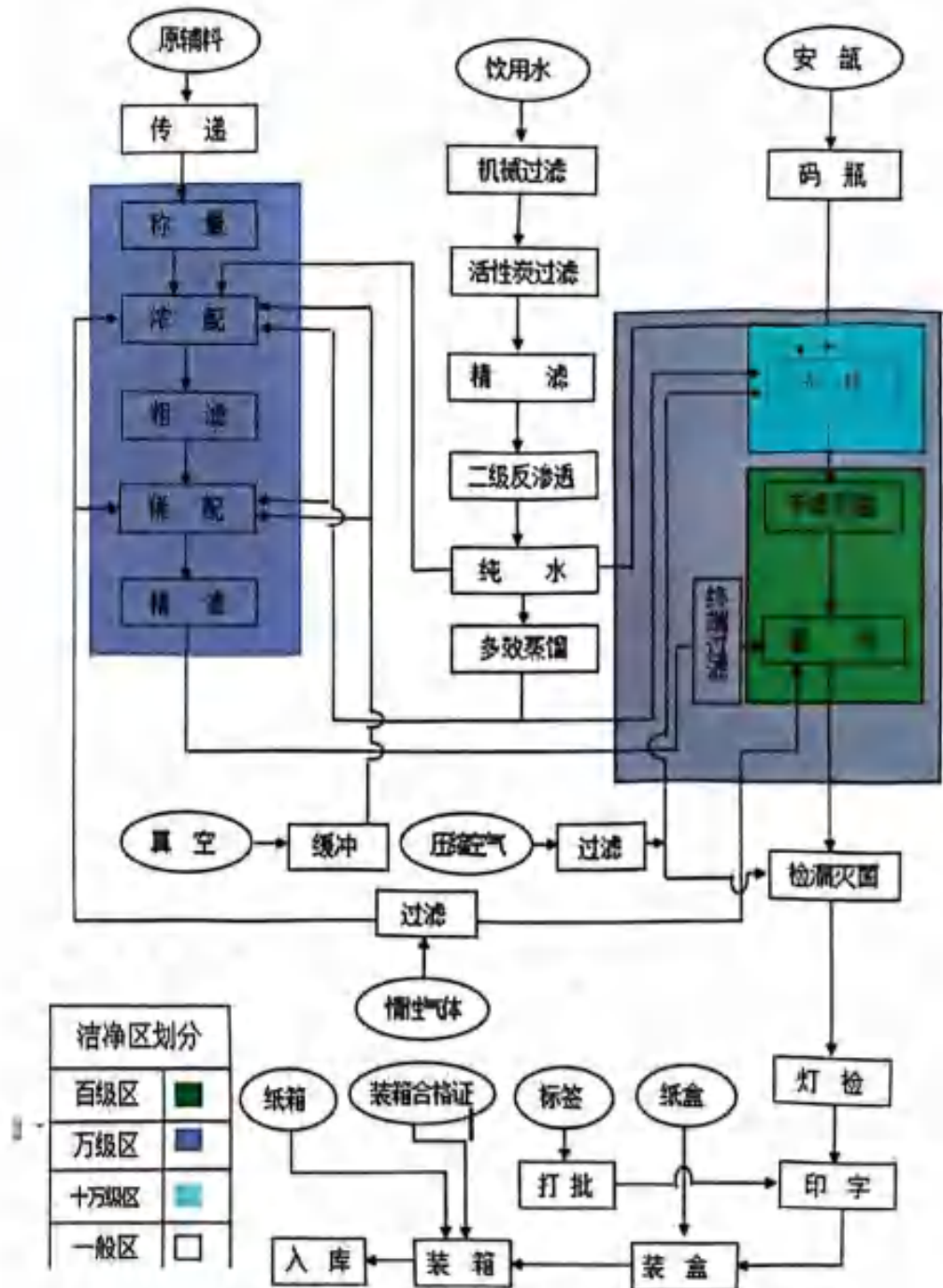


图2 容量注射液生产工艺流程图

3、芴甲氧羰基-N-羟基琥珀酰亚胺酯（FMOC-OSU）生产工艺流程（正常生产）

说明：已建成一条生产线，位于原料药一车间，替代了位于原料药一车间年产 20 吨 N-甘氨酸-L-谷氨酰胺生产线和年产 5 吨 N-甘氨酸-L-酪氨酸生产线。

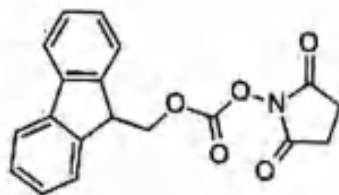
（1）理化性质

中文名称：芴甲氧羰基-N-羟基琥珀酰亚胺酯

英文名称：FMOC-OSU

CAS 号：82911-69-1

分子结构：



分子式：C₁₉H₁₅NO₅

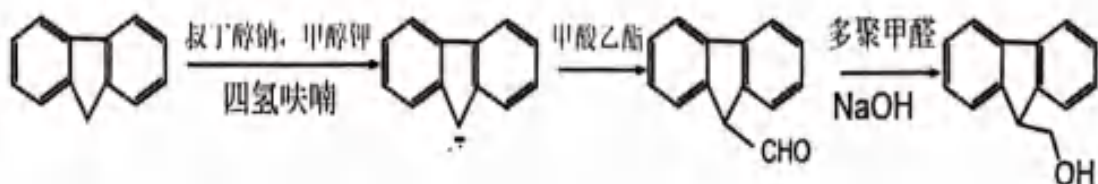
分子量：337.33

理化性质：白色或类白色结晶性粉末，熔点 147-151°C。

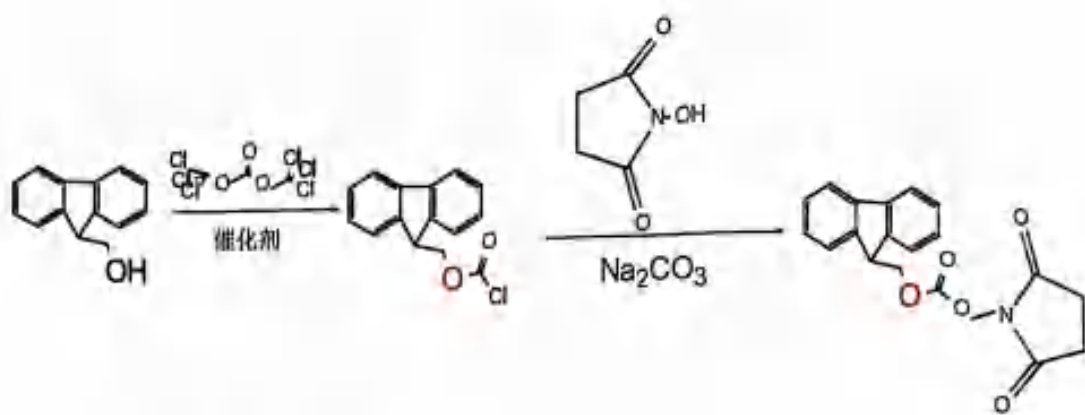
规格：含量大于 99% 的固体结晶性粉末。

（2）主要化学反应方程：

S2 的生产反应方程式：



FMOC-OSU 的生产反应方程式：



(3) 生产工艺流程简述

①S2 的制备

确认反应釜内温度低于 15°C。加入 S1，加完开搅拌点动几下，防止搅拌被卡住，加完沉降粉尘 10 分钟。反应釜抽真空至少 -0.08Mpa，反应釜充氮气，要求压力处于表压 0-0.1Mpa；排出压力至略大于 0，反应釜抽再真空至不小于 -0.08Mpa；反应釜再充氮气至表压为 0，维持微充气状态。从加料漏斗加入甲醇钾，叔丁醇钠。加入四氢呋喃，加甲酸乙酯，滴加时间 4 小时，保持温度 0-20°C，加完继续搅拌 4 小时。

向反应釜压入预先配好预先冷却至 10-15°C 的 10%NaOH 溶液，加完液碱，缓慢加入多聚甲醛，控温釜内部温度 10-15°C。控温 15-25°C，反应 24 小时。产品析出，离心过滤，自来水冲洗，洗去碱液。尽量甩干。

烘干：60°C 鼓风干燥箱烘干至水分低于 0.1%。

②FMOC-OSU 的合成

确认反应反应釜干净，检查反应釜气密性，温度低于 15°C，检查并保持尾气吸收通畅。

向 3000L 反应釜加入 S2，催化剂，用隔膜泵打入二氯甲烷；降温至 10°C。向另一反应釜加入二（三氯甲基）碳酸酯，盖好釜盖，用隔膜泵打入二氯甲烷，搅拌溶解。用隔膜泵分批将二（三氯甲基）碳酸酯溶液打到有 S2 的反应釜。加二（三氯甲基）碳酸酯溶液时（观察尾气），控制反应釜内物料温度处于 15-20°C，加料阶段每 20 分钟记录一次釜内温度。加完反应阶段每 1 小时记录 1 次釜内温度。1 天后 2 小时记录 1 次釜内温度。24 小时后取样检测 S2 是否反应完全，至反应残余低于 3%后停止反应。

反应结束后向反应釜缓慢加水。搅拌 12 小时。分去水层。

缓慢加入 Na_2CO_3 ，HOSu。控制釜内温度 15-25°C，反应 12 小时。加水、10%盐酸调 Ph 值 3-4。500kg 水洗涤有机层 2-3 次，至 pH5-6。加入 15kg 活性炭搅拌 2 小时，用管式过滤器滤除活性炭，液体压入浓缩反应釜。常压回收二氯甲烷，开启回收管道，开冷凝器冷却，开加热，要求夹套温度 50-60°C。浓缩至产品大量析出，加入甲醇，搅拌 2 小时，冷却物料至 5°C离心过滤。

过滤后湿品进入制粒机制粒，制粒后 60°C烘干 12 小时。送检，合格包装。本项目 FMOC-OSU 生产工艺流程见图 3、图 4。

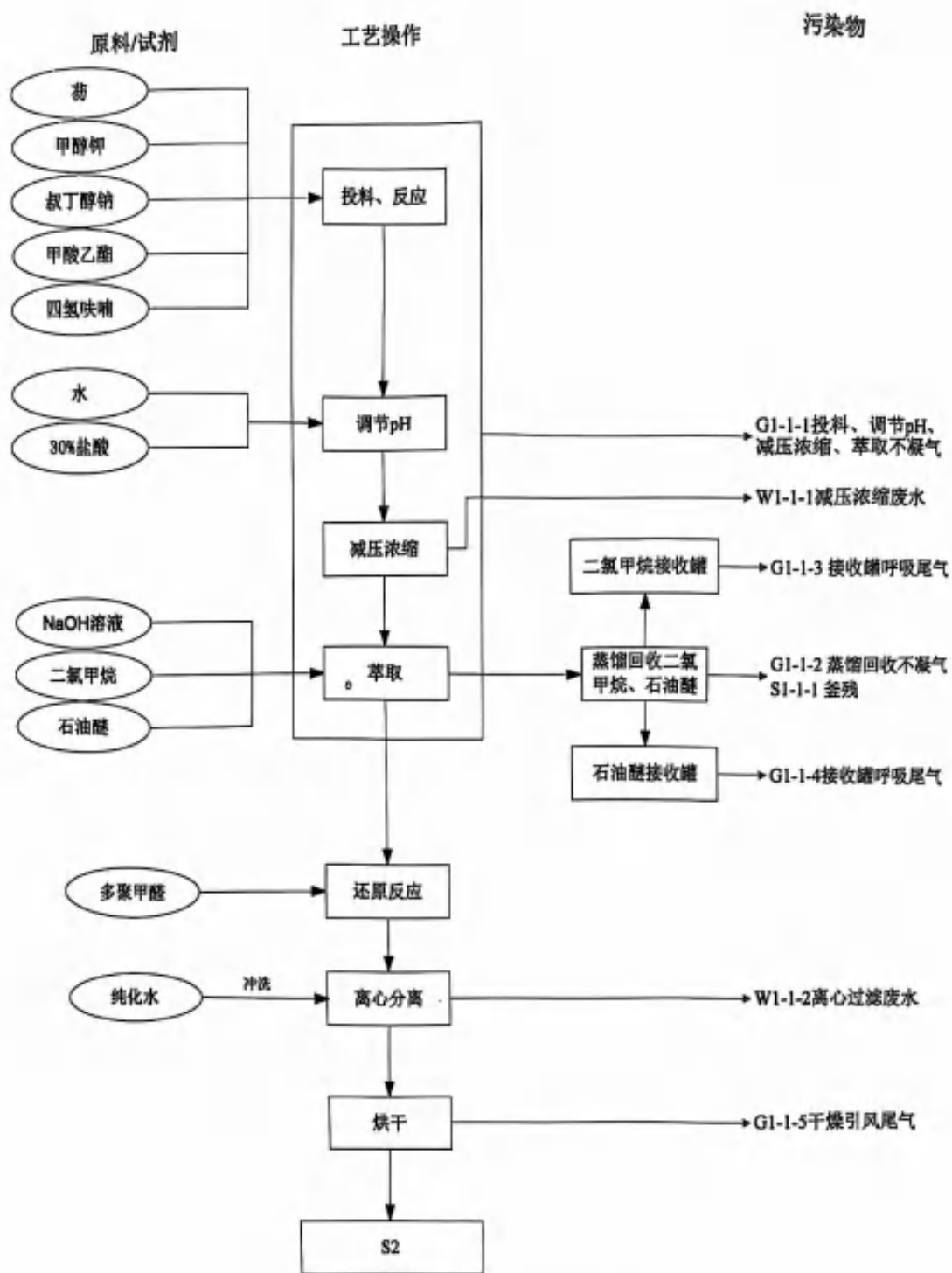


图3 S2的制备工艺流程图

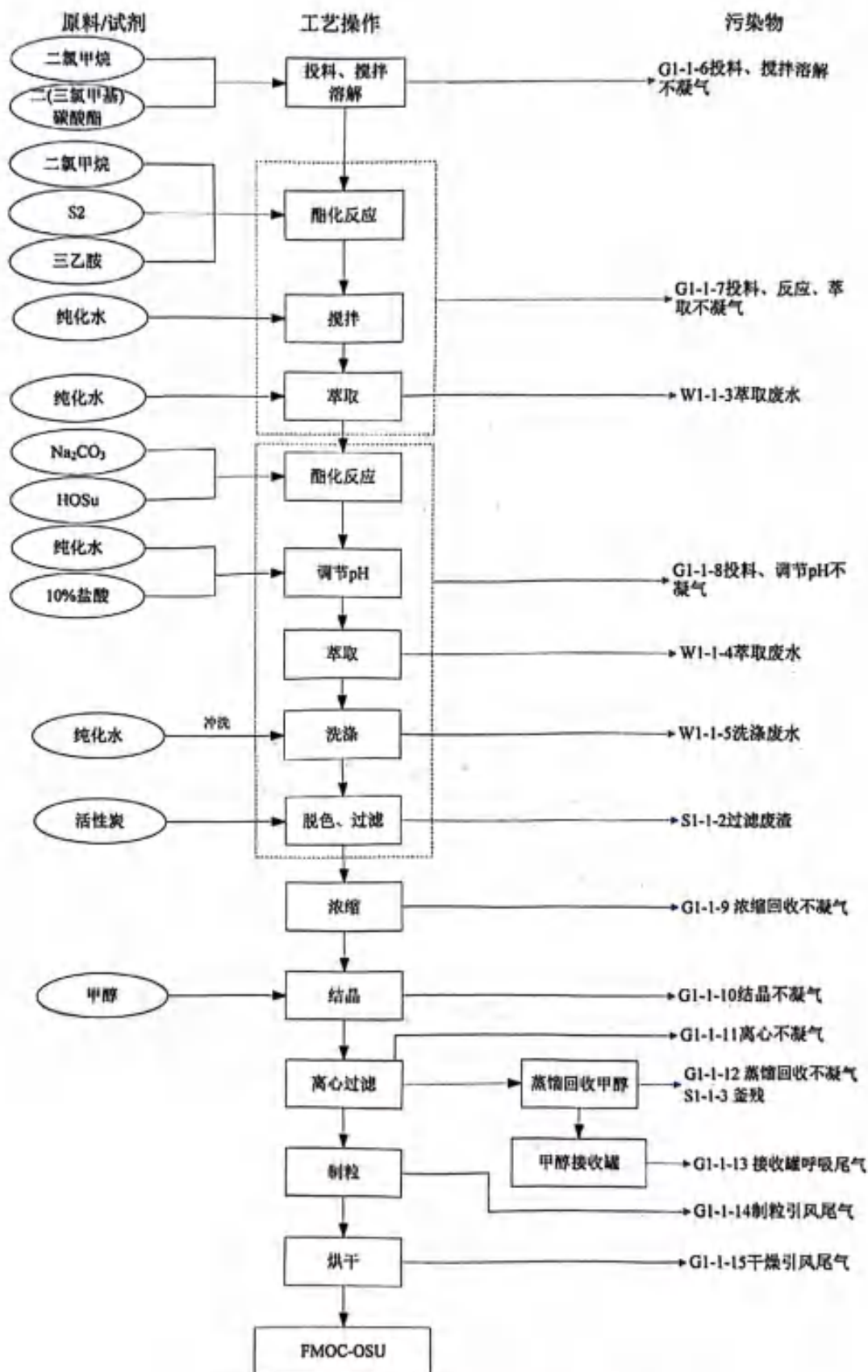


图 4 FMOC-OSU 的制备工艺流程图

4、N-芴甲氧羰基-酪氨酸（叔丁醚）（Fmoc-Tyr（tBu）-OH）

生产工艺流程（正常生产）

说明：已建成一条生产线，位于原料药一车间，替代了位于原料药一车间年产 20 吨 N-甘氨酸-L-谷氨酰胺生产线和年产 5 吨 N-甘氨酸-L-酪氨酸生产线。

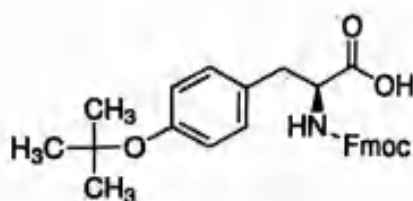
（1）理化性质

中文名称：N-芴甲氧羰基-酪氨酸（叔丁醚）

英文名称：Fmoc-Tyr（tBu）-OH

CAS 号：71989-38-3

分子结构：



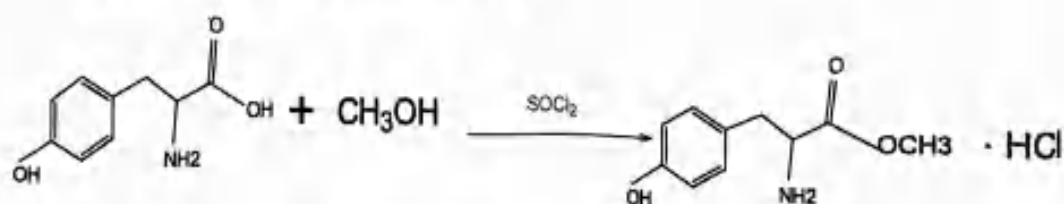
分子式：C₂₈H₂₉NO₅

分子量：459.53

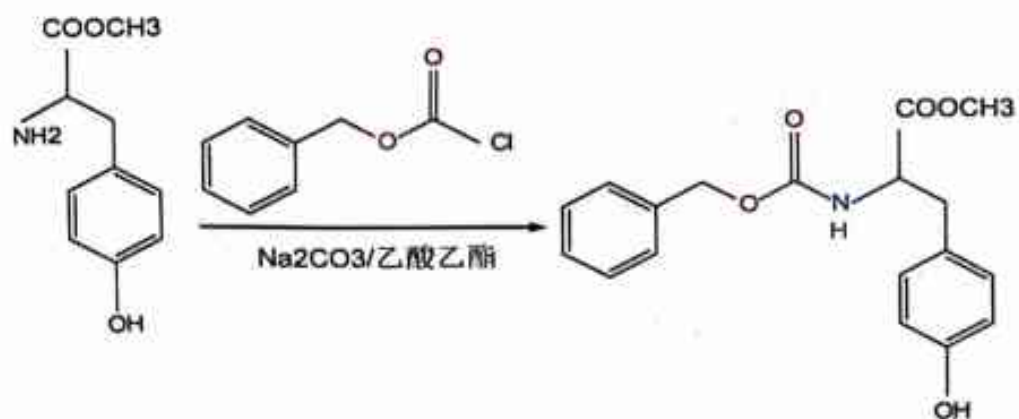
理化性质：白色结晶性粉末，熔点 145-155℃。规格：含量大于 97% 的固体结晶性粉末。

（2）主要化学反应方程：

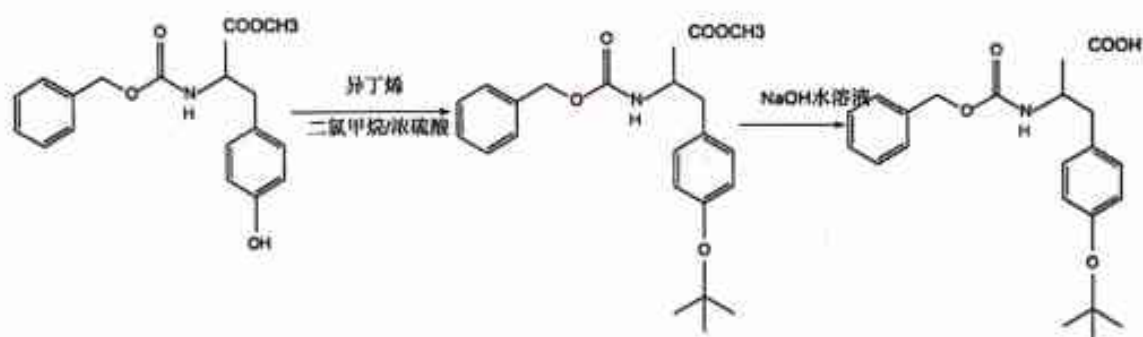
① Tyr.OMe.HCl 制备反应方程式



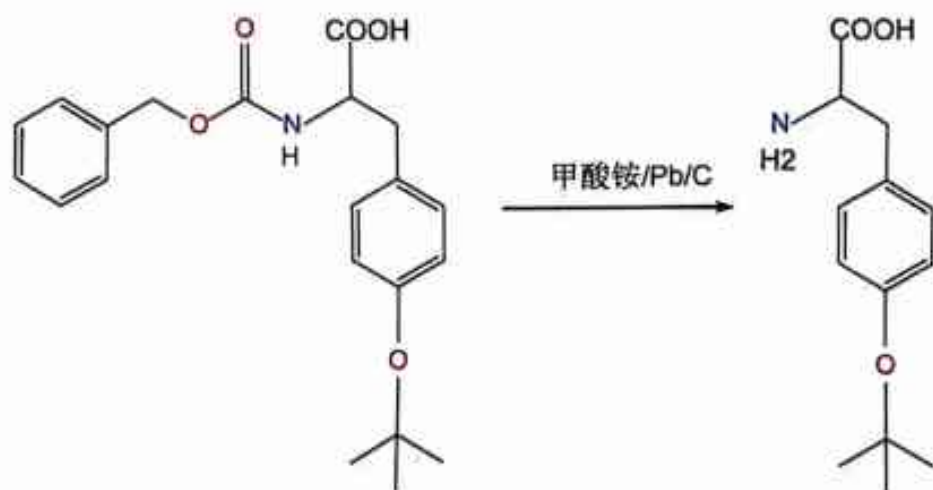
② Z-Tyr.OMe 的制备反应方程式



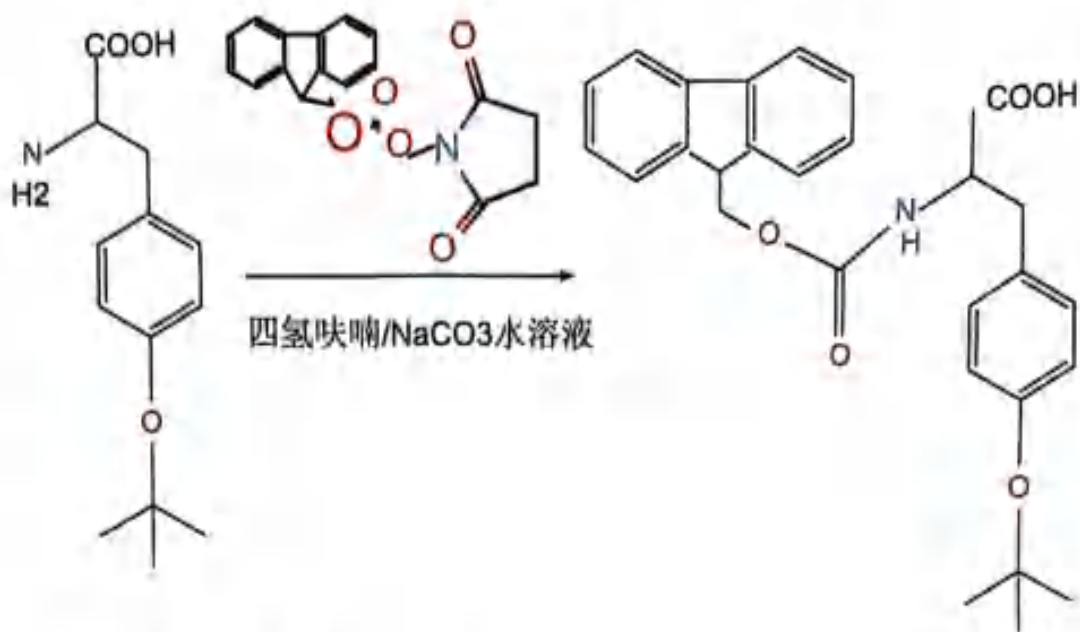
③Z-Tyr (tBu) (苄氧羰基酪氨酸叔丁醚) 的制备反应方程式



④Tyr (tBu) (酪氨酸叔丁醚) 的制备反应方程式



⑤Fmoc-Tyr (tBu) 的制备反应方程式



(2) 主要工艺流程简述

1、Tyr.OMe.HCl 的制备

将 Tyr、甲醇加入反应釜(须有尾气吸收装置), 搅拌, 滴加 SOCl_2 , 滴加时, 反应体系温度很高, 可达 $70-80^\circ\text{C}$, 滴完夹套通 60°C 搅拌 2 小时, 停止反应。滤出产品, 可用丙酮洗涤一次。母液浓干结晶, 过滤洗涤, 收率 97%。

做 Fmoc-Tyr (tBu) 可不必干燥, 取小样得到干燥失重后折算干重后直接投下步。

2、Z-Tyr.OMe 的制备

将 AcOEt、Tyr.OMe.HCl 加入 50L 反应釜, 搅拌, 加入 Na_2CO_3 水 1000ml, 保持物料 $0-50^\circ\text{C}$, 滴加 Z-Cl, 滴完保持 $0-50^\circ\text{C}$ 2 小时, 自然升至室温反应, 再反应 12 小时, 基本反应完全, 结束反应。

向反应器中滴加 5NHCL, 调 PH 值至水层 3.0 左右, 此时有固体析出, 滤出固体 (产品+盐), (液体另行处理) 固体用水搅洗 2-3 次以除净盐, 残余固体为产品。液体分去水层, 产品在有机层, 有机

层用饱和食盐水洗至中性，加入无水 200kgNa₂SO₄ 干燥，浓缩成油状，加入 PET，稍加冷冻，产品析出，滤出。合并先前滤出固体产品，用 AcOEt/PET=1/10 反复洗涤至 Z-Cl 气味小时止，干燥。总收率 80-85%，展开剂：CHCl₃/甲醇=6/1。

3、Z-Tyr (tBu) 的制备

向反应釜中加入 CH₂Cl₂，搅拌，滴入 H₂SO₄，滴完加入 Z-Tyr.OMe。密封反应釜，通入异丁烯，1 小时通完，此时釜内压力 1.0-1.5 个大气压，室温反应 2-3 天。

反应结束后，将反应液缓慢压入另一搅拌的反应釜（内有 NaOH 水溶液），剧烈搅拌，皂化至 Z-Tyr (tBu) .OMe 皂化完毕，皂化完后静置分层，产品在水中，水层用 AcOEt 提净产品上方杂质，水层用 HCl 调 pH 值 4.0 后改用柠檬酸水液调至 pH2.0-3.0，然后用饱和食盐水洗涤至水层 pH 值 4.0-5.0。向 AcOEt 层加入 AcOEt 体积 0.2-0.3 倍的丙酮（或乙醇）。有机层加水，先用稀 NaOH 调 PH8.0-9.0（水层），再用 1-3%的 NaOH 食盐水洗涤 Z-Ty (r 第一次水要多才能分层)。如此 Z-Tyr (tBu) 不会被洗下（或很少被洗下），方便操作，将 Z-Tyr 洗净。

洗涤到位后重新用柠檬酸水液调 pH 至 2.0-3.0，饱和食盐水洗涤至 pH 值至 4.0-5.0。按比例取小样浓干成油折算出产品干重，以便下一步计量。

4、Tyr (tBu) 的制备

3000L 反应釜中，加入 AcOEt/Z-Tyr (tBu)、Pb/C，通入 N₂ 至

1.5 个大气压，搅拌 5 分钟，泄去压力，再通 N_2 ，如此置换空气 2-3 次后常温反应。TLC 检查，至反应完全。

将反应完全的反应液滤去 Pb/C，分去 AcOEt，产品在水中。用少许 AcOE 提 1 次杂质，下步备用。收率 90% 以上，展开剂 $CHCl_3$ / 甲醇=6/1。

5、Fmoc-Tyr (tBu) 的制备

①上步 Tyr (tBu) 混合液、Fmoc-Osu、 Na_2CO_3 、AcOEt、 H_2O 混合，20-25°C 反应。

②TLC 检查，6 小时可以结束。尽量将 Tyr (tBu)，Fmoc-Osu 反应干净。

后处理：

1) 酸化、提产品

3N.HCl 调 PH4.0 后用改柠檬酸水液，调 PH2.0-3.0。AcOEt 提出产品，饱和 NaCl 水液洗至中性，无水 Na_2SO_4 干燥后滤出。

2) 真空浓缩除去 AcOEt，加入 PET，产品结晶析出。如 Fmoc-Osu 未除尽可用 AcOEt/PET 重结晶，打浆搅洗等方法除去。

3) 滤出产品，干燥。

收率 90%，展开剂：氯仿/甲醇/冰乙酸=20: 1: 0.4。本项目 FMOC-OSU 生产工艺流程见图 5、6、7、8、9。

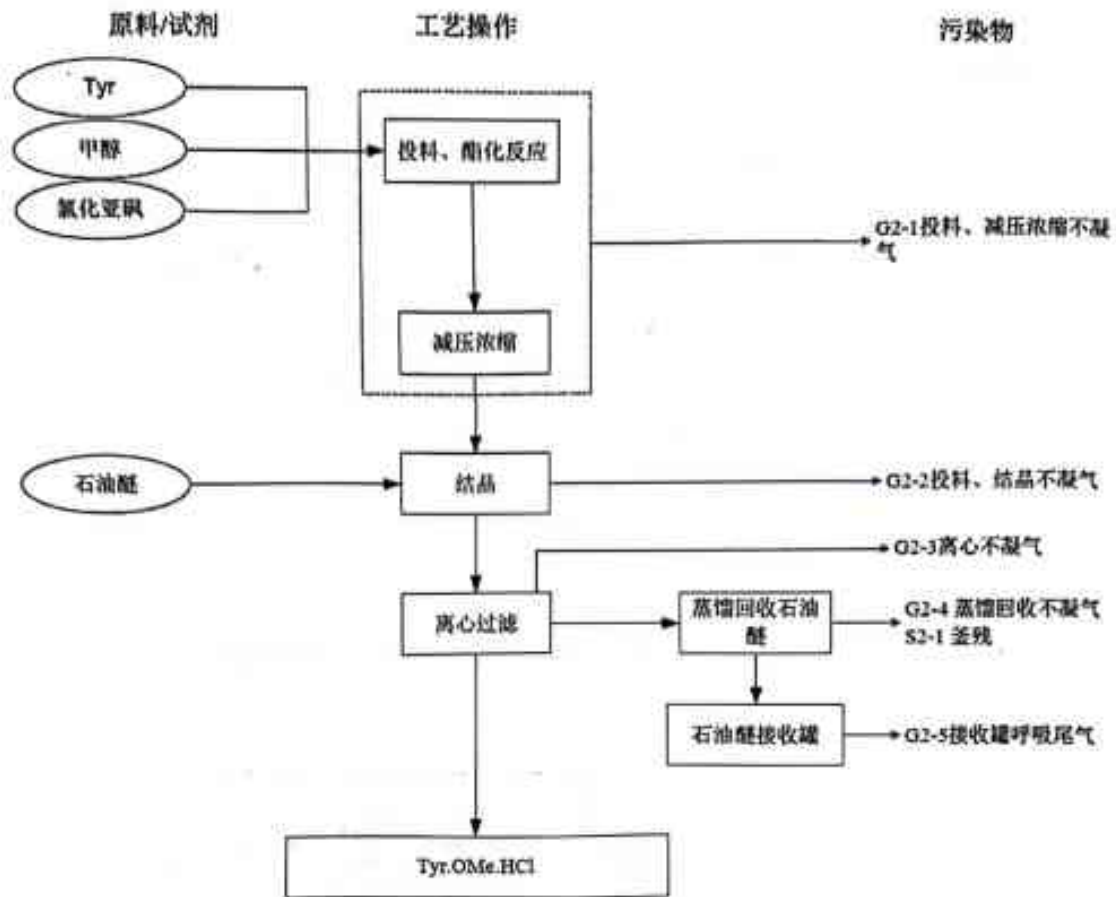


图 5 Tyr.OMe.HCl 的制备工艺流程图

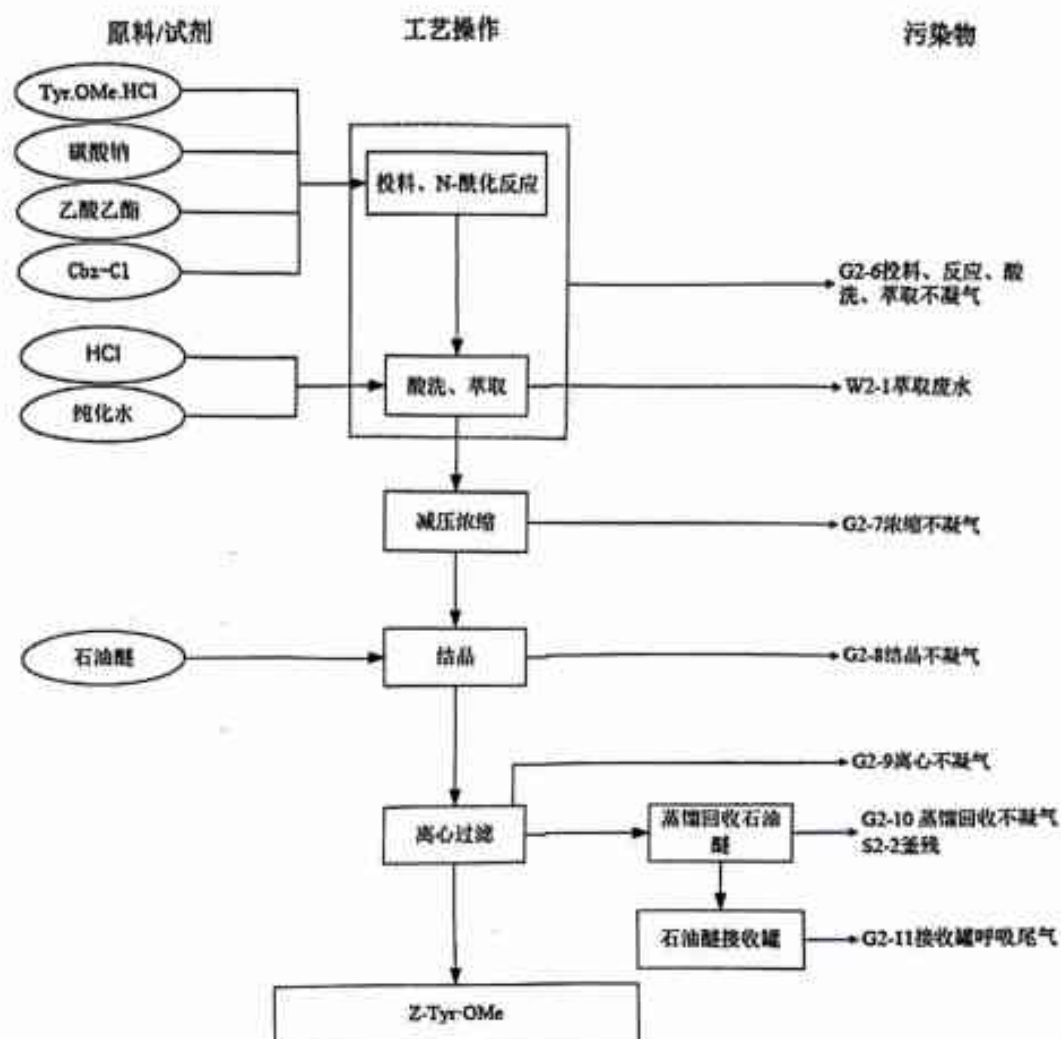


图 6 Z-Tyr.OMe 的制备工艺流程图

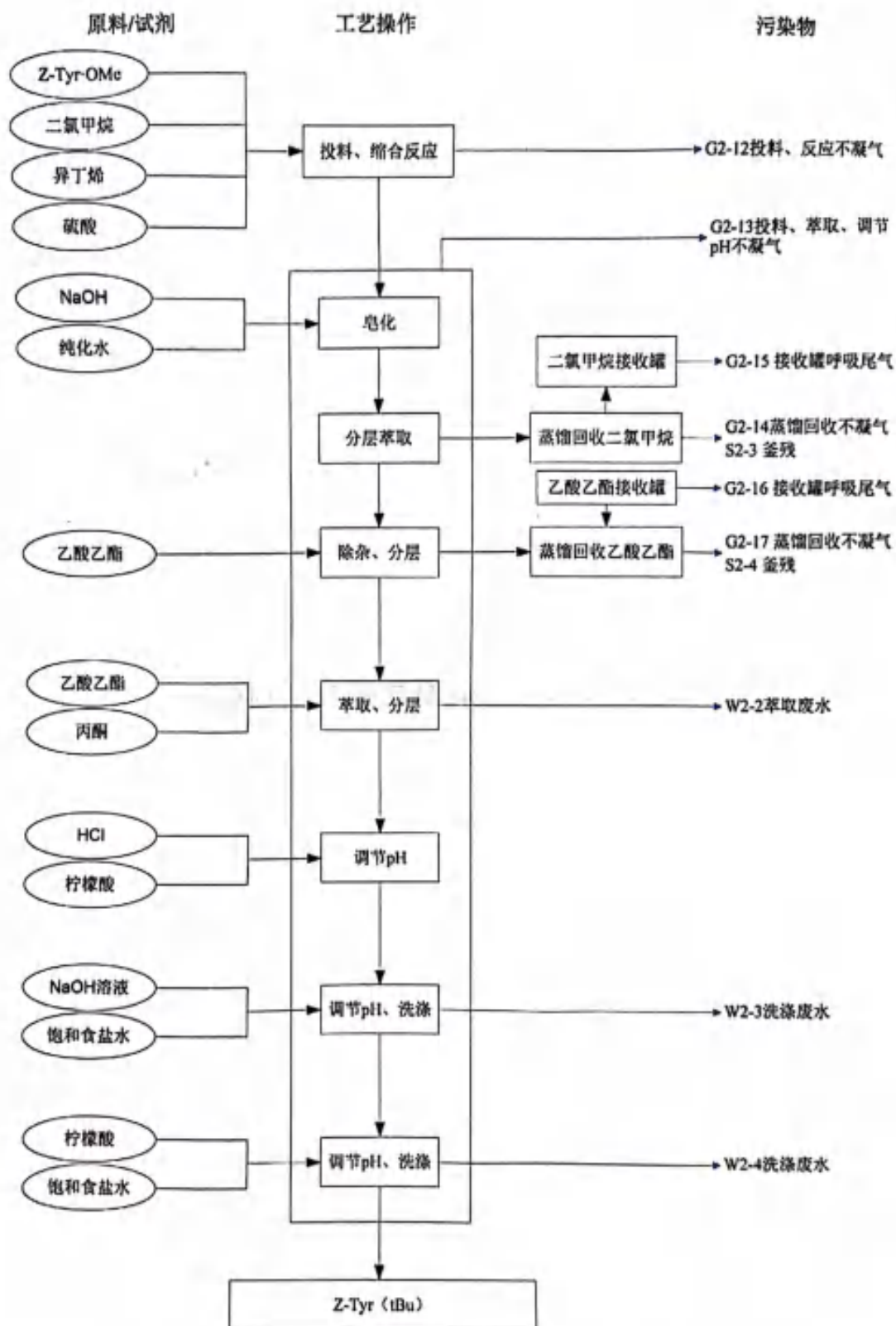


图 7 Z-Tyr (tBu) 的制备工艺流程图

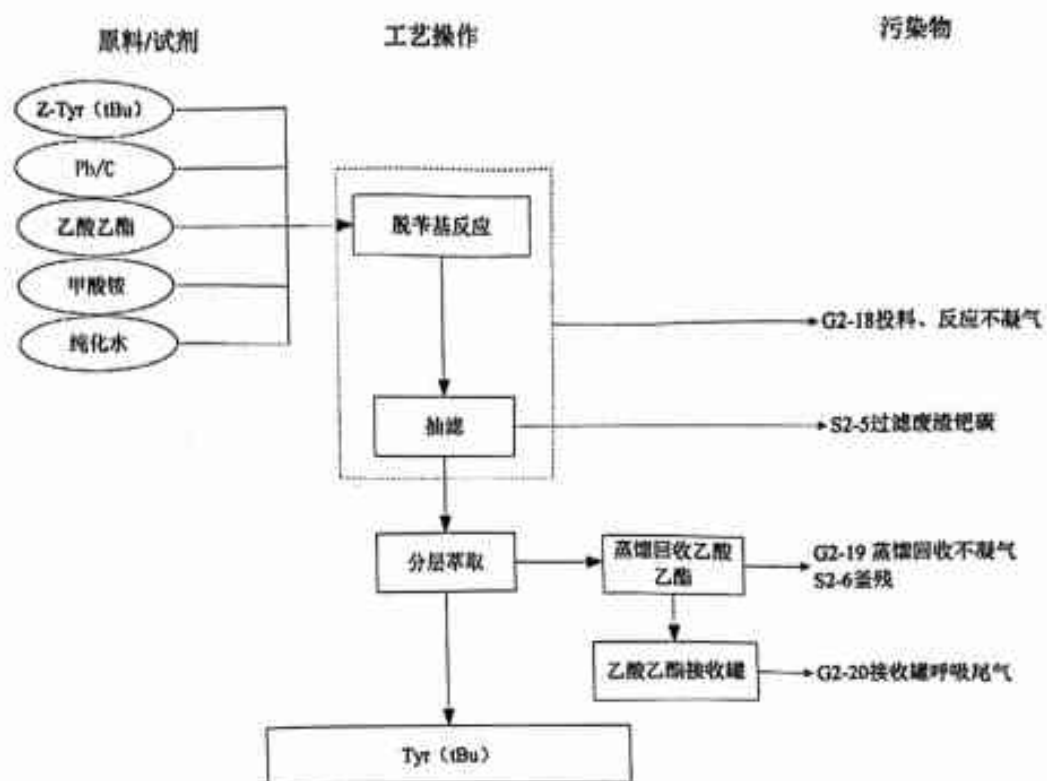


图 8 Z-Tyr.OMe 的制备工艺流程图

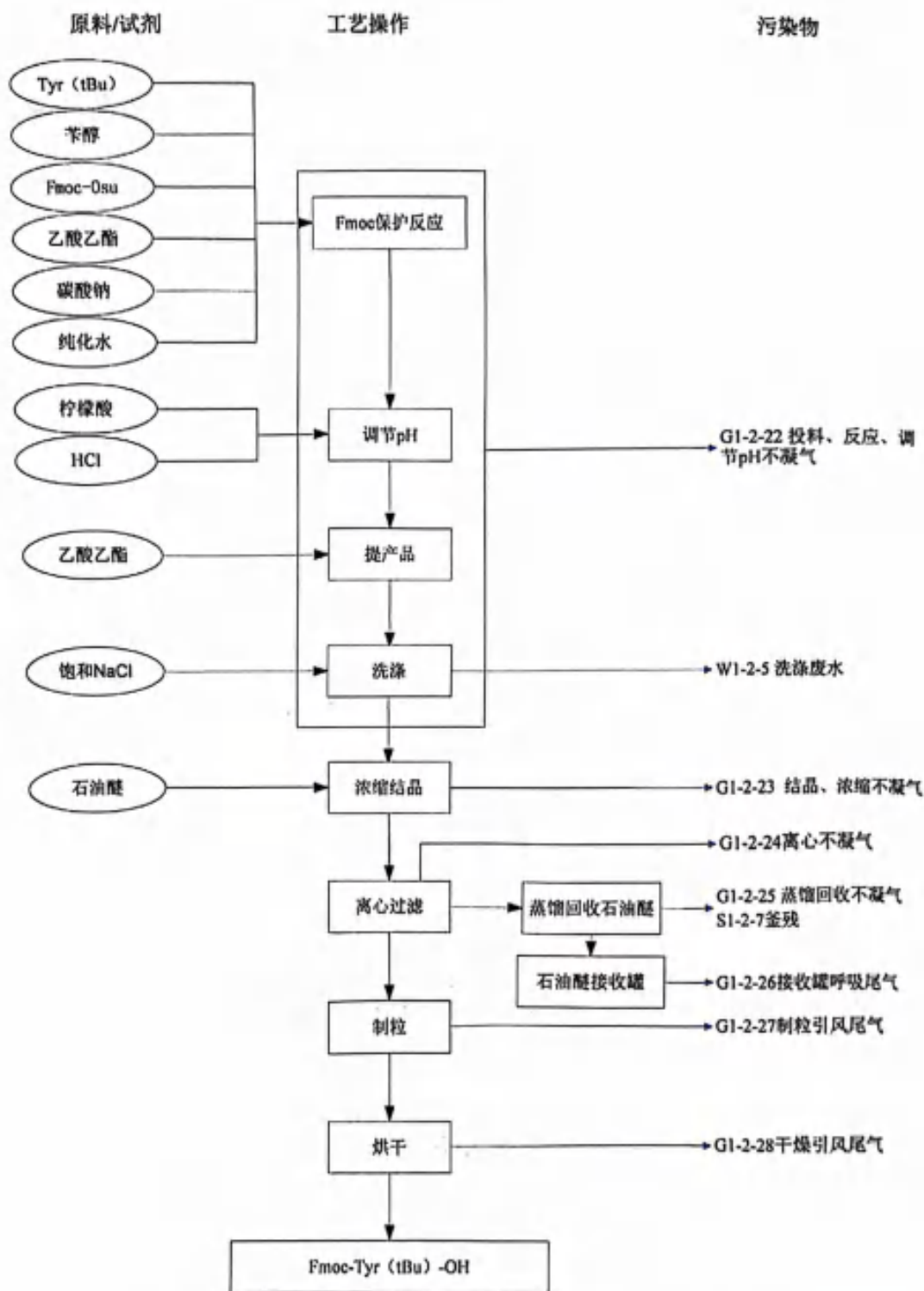


图 9 Fmoc-Tyr (tBu) -OH 的制备工艺流程图

5、西咪替丁生产工艺流程（正常生产）

说明：已建成一条生产线，位于原料药一车间，替代了位于原料药一车间年产 20 吨 N-甘氨酸-L-谷氨酰胺生产线和年产 5 吨 N-甘氨酸-L-酪氨酸生产线

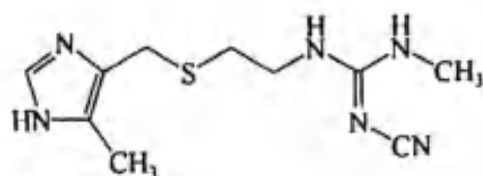
（1）理化性质

中文名称：西咪替丁

英文名称：Cimetidine

CAS 号：51481-61-9

分子结构：



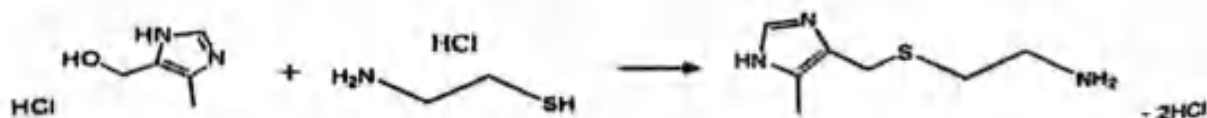
分子式：C₁₀H₁₆N₆S 分子量：252.34

理化性质：白色晶体，带有一种淡的硫气味，几乎无臭，味苦。在甲醇中易溶，在乙醇中溶解，在异丙醇中略溶，在水中微溶，在稀盐酸中易溶。熔点 139-144°C。

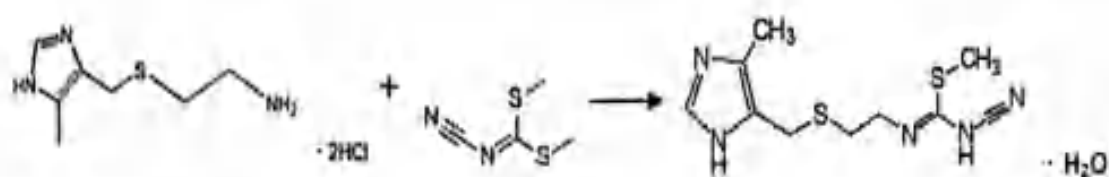
规格：含量大于 99% 的固体晶体粉末。

（2）主要化学反应方程

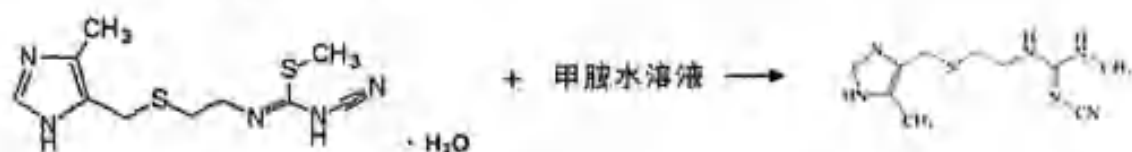
① 4-甲基-5-【(2-氨基乙基)硫甲基】咪唑二盐酸盐的制备



② 西咪替丁二缩物（N-氰基-N-[2-(5-甲基咪唑-4-甲硫)乙基]-S-甲基异硫脲）的制备



③西咪替丁粗品的制备



(3) 生产工艺流程简述

①4-甲基-5-【(2-氨基乙基)硫甲基】咪唑二盐酸盐的制备:

4-甲基-5-羟甲基咪唑盐酸盐、半胱胺盐酸盐和乙酸回流 14-15h。降温至 15-20°C，结晶，离心，滤饼用异丙醇洗涤，60°C真空干燥。得 4-甲基-5-【(2-氨基乙基)硫甲基】咪唑二盐酸盐。

②西咪替丁二缩物(N-氰基-N-[2-(5-甲基咪唑-4-甲硫)乙基]-S-甲基异硫脲)的制备:

将 4-甲基-5-【(2-氨基乙基)硫甲基】咪唑二盐酸盐溶解在纯化水中，然后搅拌下加入碳酸钾溶液，再将得到的溶液慢慢加到含 N-氰亚胺基-S，S-二硫代碳酸二甲酯的乙醇溶液中，升温至 45-46°C，在真空度 0.055-0.06MPa 负压下，保温反应 10h，反应毕，冷至 10°C 左右，保温 3h，离心，30°C真空干燥。得西咪替丁二缩物单水合物(N-氰基-N-[2-(5-甲基咪唑-4-甲硫)乙基]-S-甲基异硫脲)。

③西咪替丁粗品的制备:

将西咪替丁二缩物的单水合物悬浮在乙醇中，升温至 30°C左右加入甲胺水溶液。全部加完后，升温至 50-55°C，保温搅拌 5h，溶液冷至 -10°C左右，在 -10°C保温搅拌 25h。离心，彻底除去母液，用 0-5°C

蒸馏水洗涤（3×170L）、40℃真空干燥得西咪替丁粗品。

④西咪替丁粗品精制:

将西咪替丁和乙醇加热至 50-55℃，搅拌溶解，加入活性炭，保温搅拌吸附 30min，热滤，滤液冷至-5℃，在-5℃保温搅拌过夜，离心，滤饼用冰乙醇洗涤，40℃真空干燥，得西咪替丁精制品。

本项目西咪替丁生产工艺流程见图 10、11、12、13。

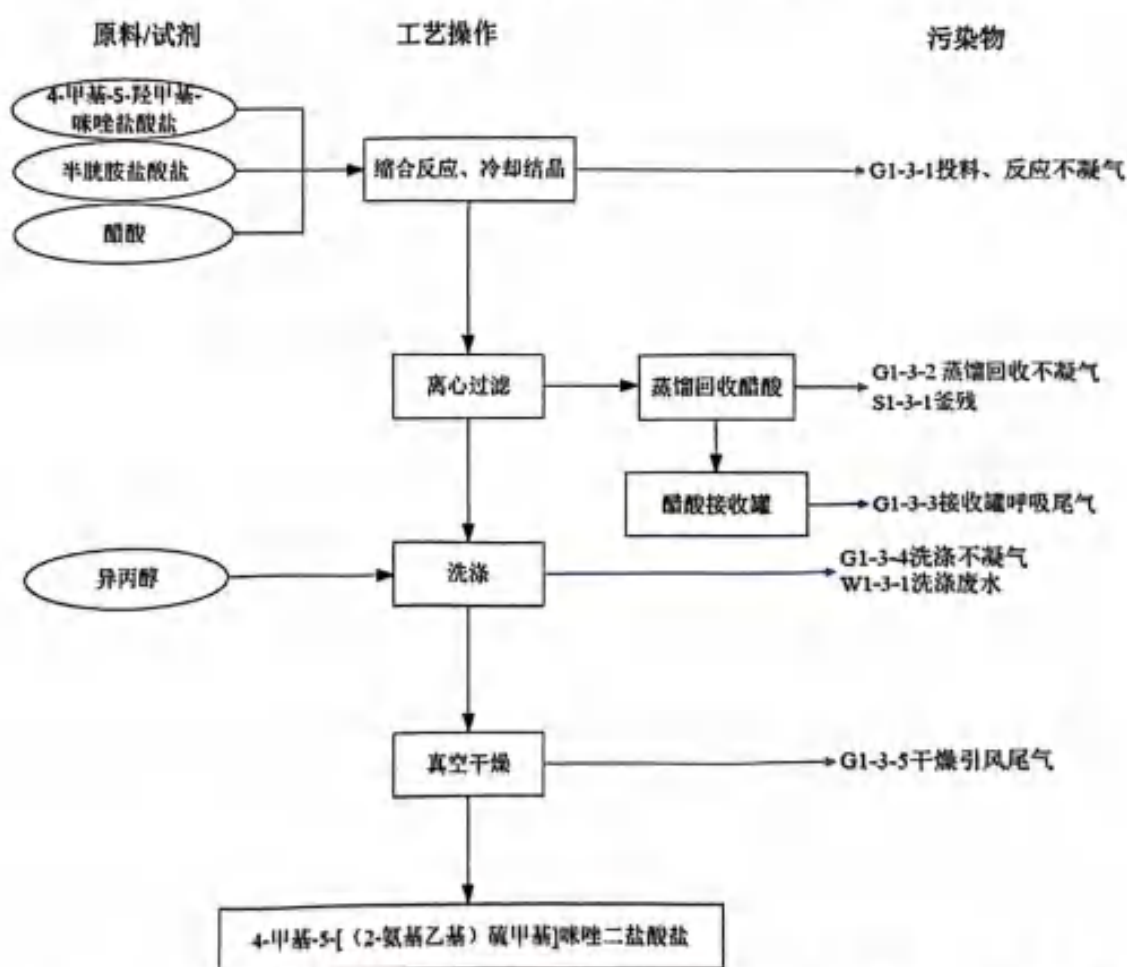


图 10 4-甲基-5-[(2-氨基乙基)硫甲基]咪唑二盐酸盐的制备工艺流程图

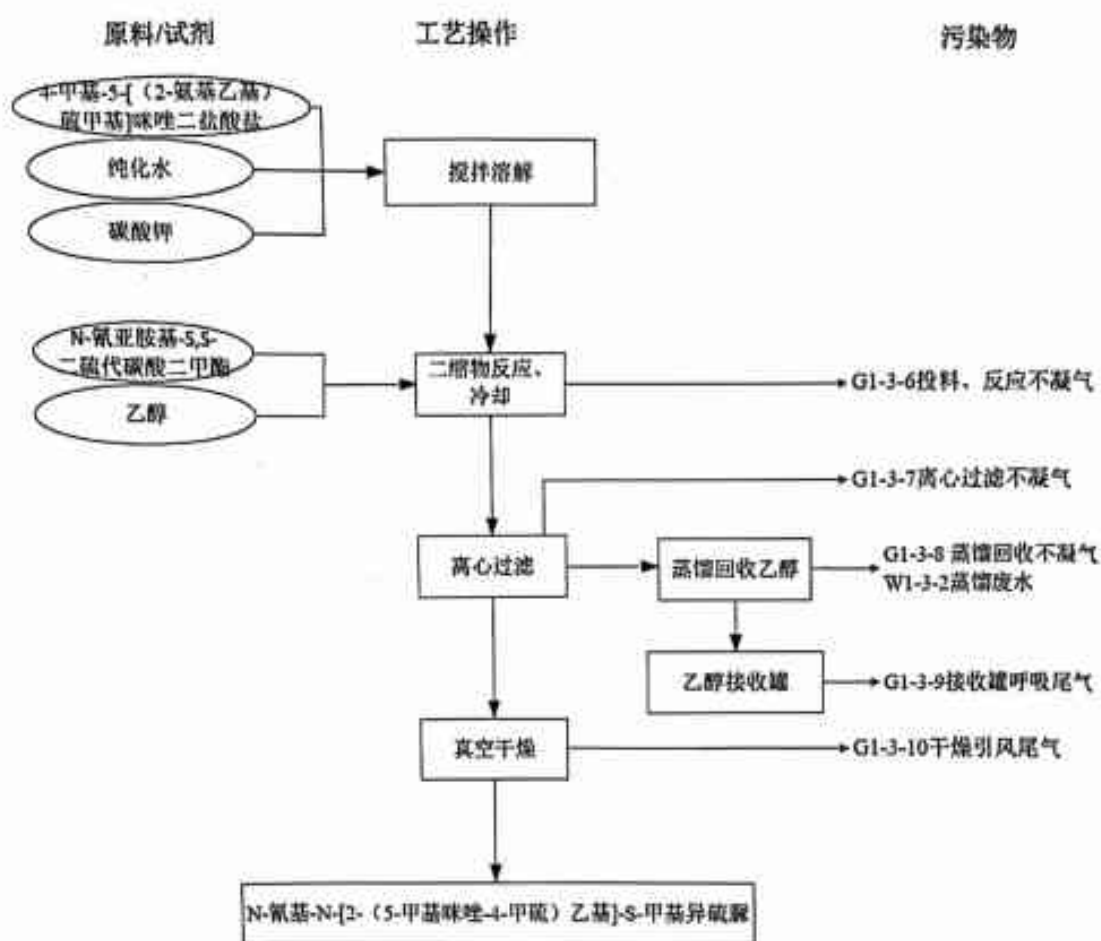


图 11 N-氧基-N-[2-(5-甲基咪唑-4-甲硫)乙基]-S-甲基异硫脲的制备工艺流程图

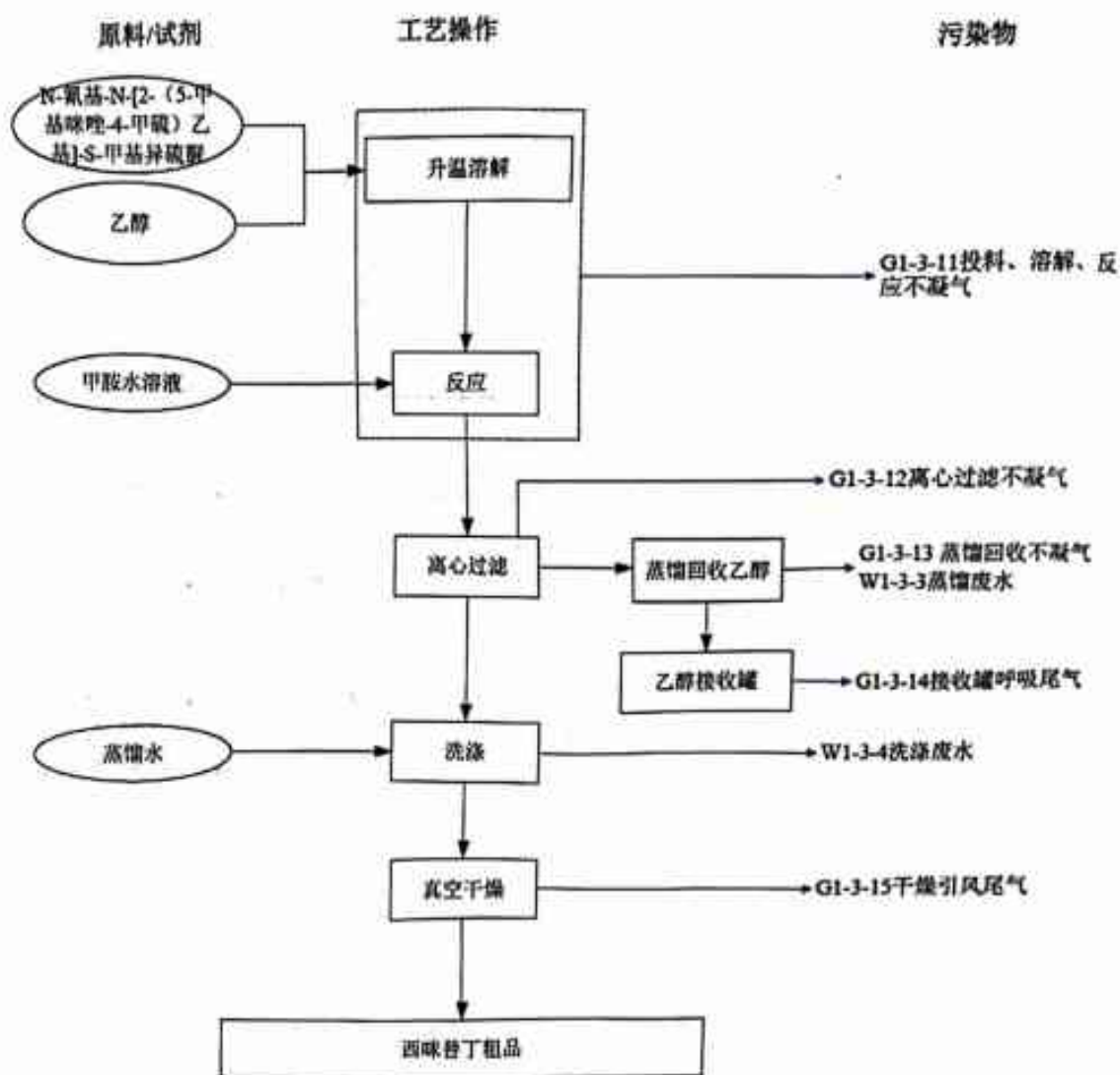


图 12 西咪替丁粗品的制备工艺流程图

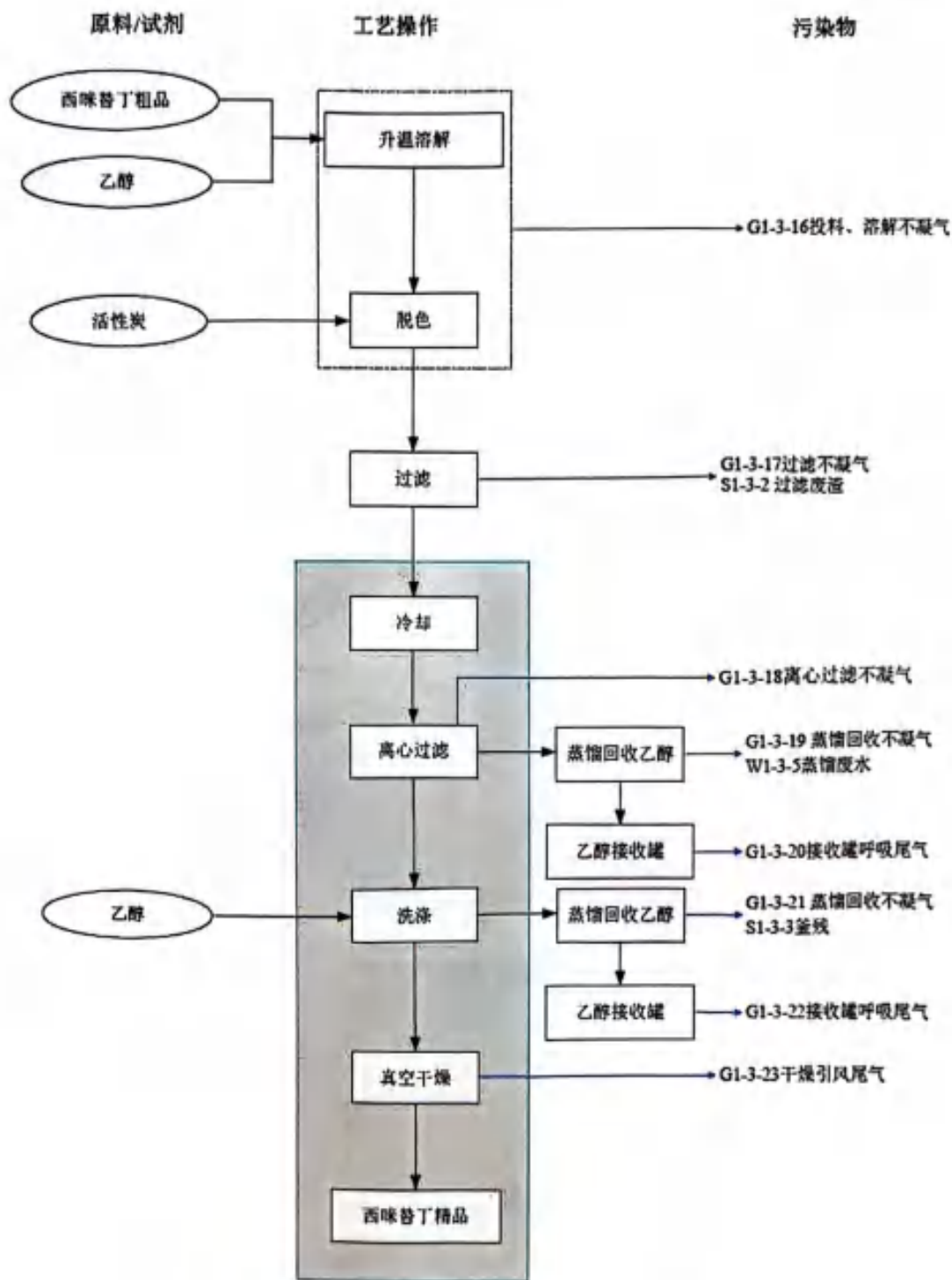


图 13 西咪替丁精品的制备工艺流程图

6、罐区设置情况

厂内设置有罐区，占地面积 284m²，罐区整体采用彩钢结构搭建，并做重点防渗处理，做到防雨防渗防防晒，内设 30m³液碱储罐 1 个，

30m³ 盐酸储罐 1 个，12m³ 二氯甲烷储罐 2 个，1 个 30m³ 事故应急储罐，每个化学品罐单独存放，并设置有 1.2m 高围堰。



罐区整体围堰



液碱储罐围堰



二氯甲烷储罐围堰



盐酸储罐围堰



事故应急罐

(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，氨基酸衍生物系列、西米替丁原料药一车间有机废气；厂区无组织排放主要为原料药一车间未被收集的有机废气。

(1) 原料药一车间 6 个反应釜废气预处理

根据生产实际需要，建设单位对主要产生二氯甲烷废气的反应釜 6 个反应釜（编号分别是 YL1SBA-005、YL1SBA-007、YL1SBA-008、YL1SBA-009、YL1SBA-0010、YL1SBA-011）进行回收，从而减少二氯甲烷排放量，二氯甲烷回收后剩余不凝气进入经通风管道收集至一套“一级低温水喷淋洗涤回收+二级低温水喷淋洗涤回收+一级碱洗去味+二级碱洗喷淋+三级碱洗循环喷淋+三级低温喷淋洗涤+干式过滤+活性炭吸附箱”处理，最后进入主系统进一步处理。

(2) 原料一车间其他有机废气、罐区废气、污水处理站废气治理措施

前面 6 个反应釜二氯甲烷和氯化氢回收系统产生的废气经通风管道收集处理后，进入主系统与原料一车间其他有机废气、罐区废气、污水处理站废气进入主废气治理系统处理。

原料一车间其他反应釜有机废气、罐区二氯甲烷和氯化氢大小呼吸废气和厂内污水处理站各水池产生的恶臭废气三股废气分别经废气经密闭管道处理后进入主系统处理，即“碱液（NaOH）吸收塔+水

吸收塔+活性炭吸附/脱附+催化燃烧”，最后经 20m 高 DA002 排气筒排放。

碱液 (NaOH) 吸收塔+水吸收塔+活性炭吸附/脱附+催化燃烧废气处理系统介绍如下：碱液 (NaOH) 喷淋塔和水吸收内设置喷淋装置和填料，塔顶设有除雾器，气体由下而上，循环 NaOH 溶液或水经喷嘴雾化后由上而下，气液两相传质，水溶液由塔底部流回循环水池，再由水泵提升至塔内。原料药一车间设置一套“碱液吸收塔 (NaOH) +水吸收塔”废气处理设施处理原料一车间产生的废气。原料药一车间设碱液 (NaOH) 喷淋塔 1 座，水洗塔 1 座，碱液喷淋塔为直径 1.2m，高 5m，水洗塔为直径 2.2m，高 7m。碱液喷淋塔和吸收塔的喷淋用水量共 5000kg，结合喷淋废水水质，喷淋塔废水约 5 天更换一次，更换下来的废水排至厂区污水处理站处理。碱液喷淋塔+水吸收塔对污染物去除效率可达到 95%以上，经预处理后废气进入下一步活性炭吸附/脱附处理工序。

前道工序处理的废气进入活性炭吸附/脱附+催化燃烧废气处理系统进一步处理。活性炭吸附/脱附+催化燃烧废气处理分为三个阶段，前处理过滤阶段、活性炭吸附阶段、活性炭脱附再生催化燃烧和设备降温阶段。

1) 前处理过滤阶段：废气经过前处理过滤器首先除去颗粒物。

2) 活性炭吸附阶段：过滤后的废气进入活性炭吸附装置，废气经过活性炭层时，活性炭的多孔性和空隙表面的张力把有机废气中的溶剂吸附在活性炭的空隙中，使所排废气得到净化。

3) 活性炭脱附再生催化燃烧阶段: 活性炭使用一段时间, 吸附了一定的溶剂后逐渐达到饱和状态, 会降低或失去吸附能力; 此时需要脱附再生, 再生后使活性炭重新恢复吸附能力, 可以继续使用。

4) 再生时, 启动催化燃烧装置预热室电源, 活性炭吸附饱和后用热空气脱附再生, 使活性炭重新投入使用; 通过控制脱附过程, 可将有机废气浓度浓缩。脱附气流经催化净化装置内置的电加热装置加热至 $250^{\circ}\text{C}\sim 350^{\circ}\text{C}$ (加热温度由温控检测以控制), 在催化剂作用下进行无焰燃烧反应, 催化过程净化效率达 95% 以上, 氧化后生成 CO_2 和并释放出大量热量, 该热量通过催化净化装置内的蓄热体, 一部分再用来加热脱附出的高浓度废气, 另外一部分做为活性炭脱附热气源使用。一般达到脱附-催化燃烧自平衡过程须全启动电加热器 3.0 小时左右。达到热平衡后关闭电加热装置, 这时脱附处理系统靠废气中的有机溶剂做燃料维持正常运转, 无须外加能源可使再生过程达到自平衡循环, 极大地减少能耗, 并且无二次污染的产生。

5) 设备降温阶段: 为防止活性炭高温失去吸附的特性, 催化燃烧反应结束后, 管道内温度需要降低到活性炭吸附最佳温度。

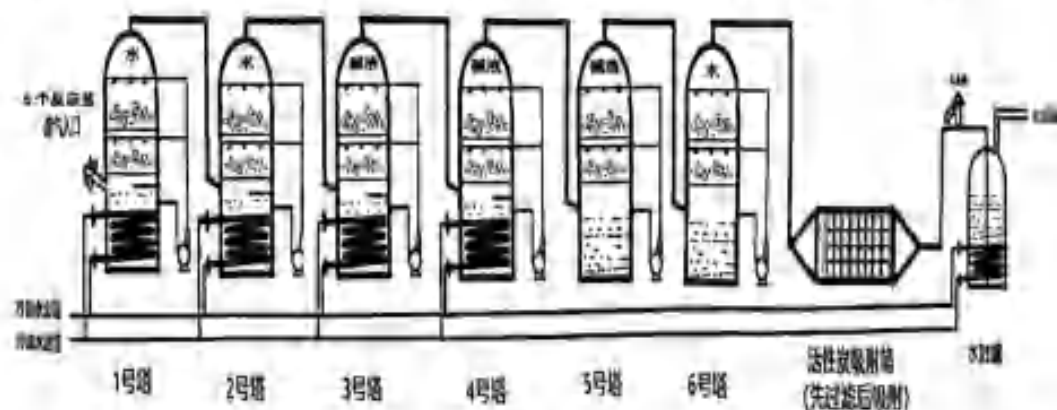


图 14 二氯甲烷和氯化氢废气回收治理工艺

(3) 液体储罐大小呼吸废气

厂内设置有罐区，内设 30m^3 液碱储罐 1 个， 30m^3 盐酸储罐 1 个， 12m^3 二氯甲烷储罐 2 个，1 个 30m^3 事故应急储罐。

厂内建设的储罐大小呼吸会产生废气，主要成分是二氯甲烷、氯化氢，目前企业已将二氯甲烷、盐酸罐设置有大小呼吸废气收集系统，废气经管道收集后进入原料药一车间配置的一套“碱液 (NaOH) 吸收塔+水吸收塔+活性炭吸附/脱附+催化燃烧”处理后经 DA002 排气筒达标排放，排气筒高度：20m，内径：0.8m。

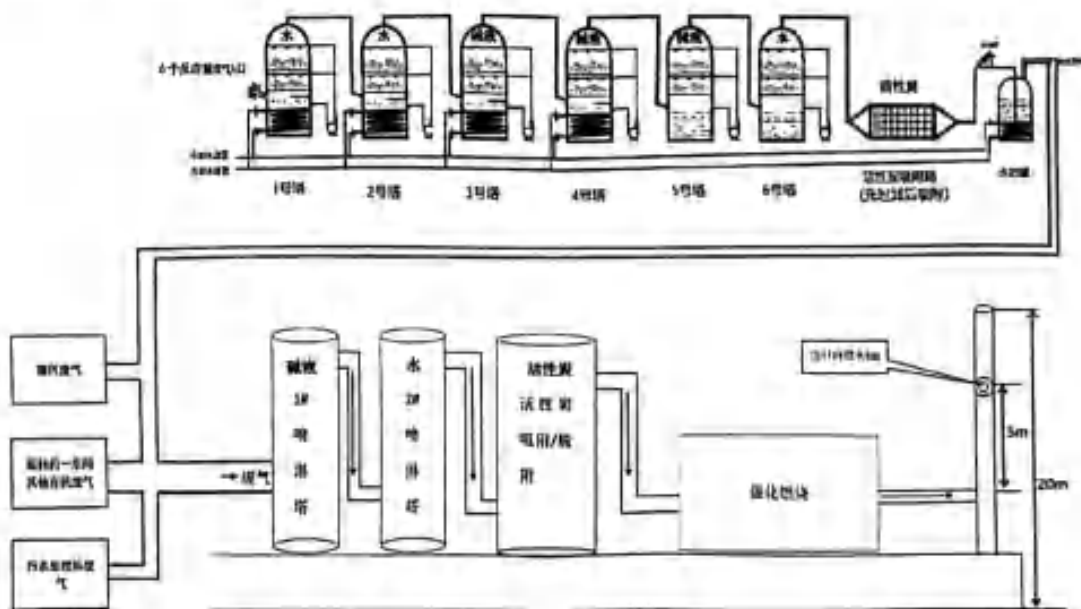


图 15 厂区原料药一车间有机废气、罐区废气、污水处理站废气整体治理工艺流程图

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下表。

表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、内径	排放口类型	备注								
80t/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	锅炉安装低氮燃烧器，燃用清洁燃料天然气，通过园区燃气管道接入	DA001	80t/h蒸汽锅炉烟气排放口，	高度：15m 内径：0.5m	一般排放口	正常使用								
搪玻璃反应釜 (YL1SBA-005)	氨基醇衍生物系列，西米替丁生产过程中未被收集的有机废气	二氯甲烷、HCl、VOCs	有组织	6个反应釜产生的有机废气经通风管道收集至一套“一级低温喷淋洗涤+二级低温喷淋洗涤+三级碱液喷淋洗涤+四级碱液喷淋洗涤+五级低温变频喷淋洗涤+干式过滤器+活性炭吸附”处理，与原料药一并回其他设备产生的有机废气、罐区废气、污水处理站废气汇集在一个管道内，最后经一套“碱液吸收塔+水吸收塔+活性炭吸附/脱附+催化燃烧”进一步处理，经20m高排气筒排放。	DA002	原料药一车间废气排放口	高度：20m 内径：0.8m	主要排放口	/								
其他反应釜、冷凝器、干燥机、蒸馏制粒等																	
有机液体储罐																	
污水处理站废气																	
厂区无组织废气										无组织	车间内均设有通风设备，自带过滤系统，车间废气经过过滤系统净化后，无组织排放。	/	/	/			
原料药一车间										原料药一车间	原料药一车间	原料药一车间	原料药一车间	原料药一车间	原料药一车间	原料药一车间	原料药一车间
原料药一车间										原料药一车间	原料药一车间	原料药一车间	原料药一车间	原料药一车间	原料药一车间	原料药一车间	原料药一车间

2、废水

项目厂区废水主要为生产工艺废水、其他综合废水及生活污水。

(1) 生产工艺废水

本项目3种产品生产线粗品制备、精制过程、洗涤过程等产生的废水，均利用车间内蒸馏釜对乙醇、甲醇、石油醚、二氯甲烷等物料进行蒸馏回收后，经管道排至厂内现有污水处理站。主要污染物包括四氢呋喃、叔丁醇、三乙胺、乙酸乙酯、苜醇、异丙醇、甲酸铵、乙酸、乙醇、硫酸钠、氢氧化钠、氯化钠、柠檬酸钠、盐酸、无机盐类等；其中有机物质量分数为5.0%。

(2) 设备内部清洗废水

生产设备内部每年在大修期间进行一次清洗，每次清洗水量约30t，废水排放量约27t，折合每天废水量为0.09t/d，设备内部清洗废水。

(3) 纯水制备浓缩水

根据生产工艺、循环冷却水、及设备内部冲洗水对水质、水量的要求，本项目阶段性工程纯水用量为 $3.635\text{m}^3/\text{d}$ ，利用现有原料药合成车间纯水制备系统，制水能力为5t/h，可以满足本项目阶段性工程使用。阶段性工程纯水制备新鲜水消耗量为7.27t/d，产生含盐浓缩水约 $3.635\text{m}^3/\text{d}$ 。水中主要污染物为 $\text{SS}\leq 200\text{mg/L}$ 。

(4) 车间地面、设备外部冲洗废水

原料药一车间生产车间地面、设备外部清洗水用量约1.0t/d，排污系数取0.9，则此部分废水产生量为0.9t/d。

(5) 真空泵系统排水

项目原料药一车间配套建设7台真空泵。原料药一车间6台真空泵共用1个 25m^3 的水箱，剩余1台真空泵配套1个 1m^3 的水箱。水箱每15天更换一次新鲜水，一次排水量约 38m^3 ，折合每天废水产生量约 $2.535\text{m}^3/\text{d}$ (1520t/a)。废水中污染物主要为异丙醇、三乙胺、丙酮、乙醇、四氢呋喃、二氯甲烷等有机物及盐类，废水排入建设单位现有污水处理站。

(6) 碱液喷淋+水吸收塔废气处理设施排水

本项目设2套“碱液(NaOH)吸收塔+水吸收塔+活性炭吸附/脱附再生装置”废气处理设施处理生产过程中工艺废气及储罐呼吸回收废气。碱液喷淋塔和水洗塔的喷淋用水量共 5000kg ，5天更换一次，折合每天新鲜水用水量为 $1.0\text{m}^3/\text{d}$ ，排污系数去0.9，则此部分废水产生量为 0.9t/d ，污染物主要是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。

(7) 一级低温水喷淋洗涤回收+二级低温水喷淋洗涤回收+一级碱洗去味+二级碱洗喷淋+三级碱洗循环喷淋+三级低温喷淋洗涤排水。每批次补充水量 $0.5\text{m}^3/\text{批次}$ ，3种药品生产270批次，生产时间300d，则每天用水量 $0.27\text{m}^3/\text{d}$ ，排污系数取0.9，则此部分废水产生量为 $0.24\text{m}^3/\text{d}$ ，污染物主要是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。

(8) 化验室废水

项目阶段性工程化验室用水量约 $0.5\text{m}^3/\text{d}$ ，排水量为用水量的

90%，则化验室废水为 0.4m³/d。

(9) 生活污水

项目阶段性工程劳动定员 45 人，生活污水产生量为 1.8m³/d，其主要污染物为 COD、BOD₅、SS、NH₃-N 等。

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、喷淋塔废水、化验室废水和生活污水等，全部进入厂区自建的污水处理厂处理，厂内污水处理站采用“UV-H₂O₂-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”污水处理工艺，经厂内污水处理站处理后，部分回用于绿化外，其余废水经管网排入园区管网进入怀仁县天瑞玉龙污水处理有限公司污水处理厂进一步处理。初期雨水经厂内雨水管沟汇集后进入初期雨水收集池，回用于洒水抑尘，剩余部分排入市政管网。我公司废水产排污节点、污染物及污染治理情况详见下表。

表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	处理能力m ³ /d
生产工艺废水	pH值、化学需氧量、氨氮、总氮、悬浮物、色度、五日生化需氧量、主要污染物包括四氢呋喃、叔丁醇、三乙胺、乙酸乙酯、异丙醇、甲酸铵、无机盐类等	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	处理后的废水优先回用于厂内绿化及道路洒水，不能利用部分排入怀仁县天瑞玉龙污水处理有限	连续排放	DW001	主要排放口	200
设备内部清洗废水							
纯水制备浓缩水							
车间地面、设备外部冲洗废水							

真空泵系统排水	废水中污染物主要为异丙醇、三乙胺、丙酮、乙醇、四氢呋喃、二氯甲烷等有机物及盐类	艺	公司处理				
碱液喷淋和水洗塔废水	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						
化验室废水							
生活污水							
初期雨水	pH、化学需氧量、氨氮、悬浮物	收集后洒水抑尘	市政雨水管网	间断排放	DW002	/	/

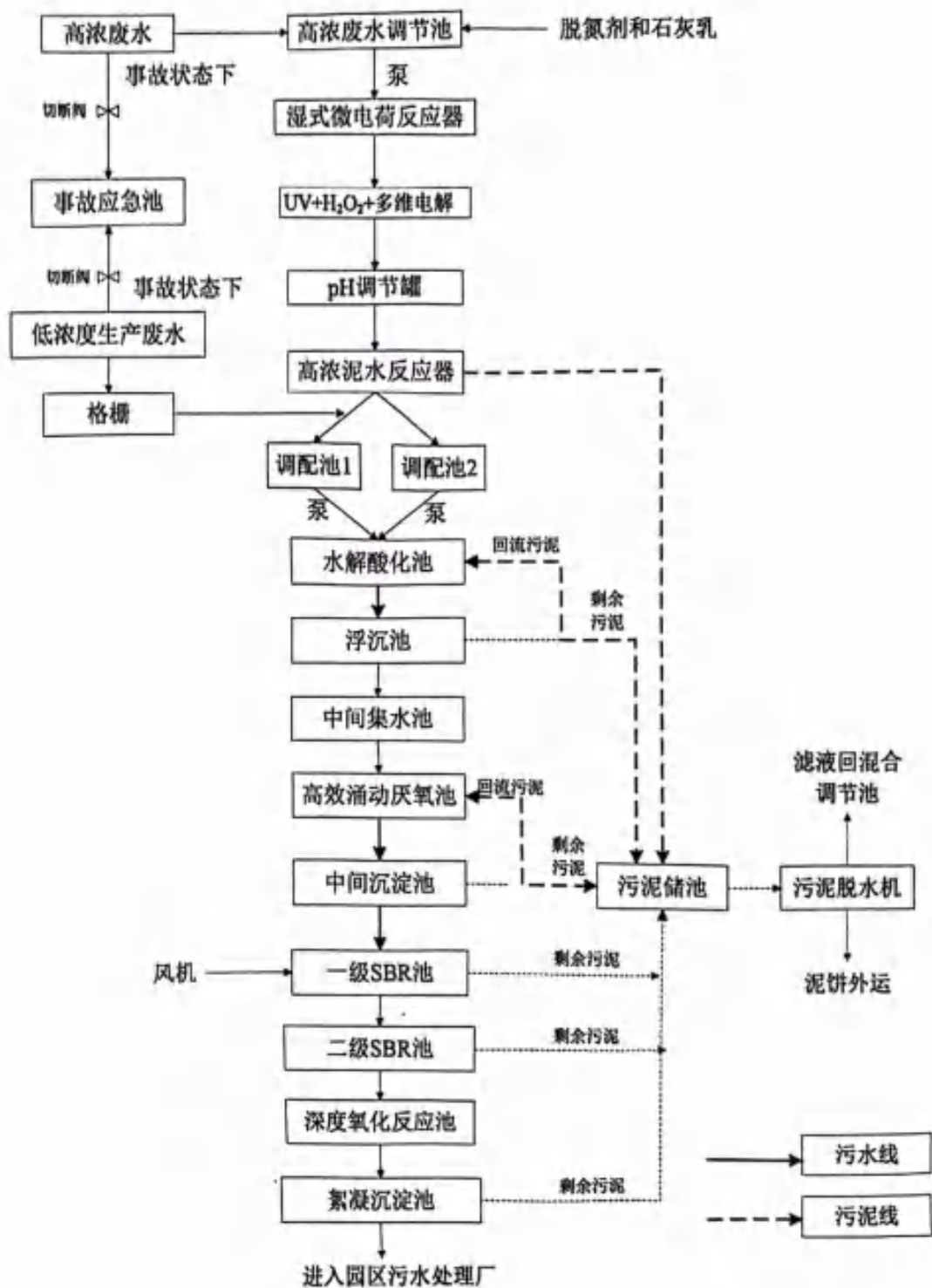


图 16 厂区污水处理站工艺流程图

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下表。

表3 固体废物产生及处理处置信息表

序号	固废名称	产生量 (t/a)	主要污染物	有害成分	形态	固废属性	废物代码	危险性	处置方式
1	蒸馏残渣	2.959	副反应产物、未反应物等	有机物	半固态	HW02医药废物	271-001-02	T	利用厂区现有的危险废物暂存间进行存放,定期交由山西国京固体废物处置有限公司、山西科洁环保科技有限公司、泽州县和美环保科技有限公司、泽州县和美环保科技有限公司处置
2	废弃产品及中间体	1.03	废弃产品	有机物	固态	HW02医药废物	271-002-02	T	
3	原料药生产过程产生的活性炭	0.159	活性炭、水、其他不溶性杂质	有机物	固态	HW49其他废物	900-041-49	T/In	
4	原料药生产过程中的废包装物	9.184	有机物	有机物	固态	HW49其他废物	900-041-49	T/In	
5	有机废气处理系统	1	活性炭吸附塔废活性炭	有机物	固体	HW02医药废物	275-005-02	T	
6	机械维修产生的废矿物油	1.035	有机物	有机物	液体	HW08废矿物油与含矿物油废物	900-249-08	T/I	利用厂区现有的危险废物暂存间进行存放,委托山西九洲再生能源有限公司处置
7	水质在线监测废液	0.324	有机物、汞及其化合物	有机物、汞及其化合物	液体	HW49其他废物	900-047-49	T/C/I/R	利用厂区现有的危险废物暂存间进行存放,委托山西国京固体废物处置有限公司、山西科洁环保科技有限公司、泽州县和美环保科技有限公司、泽州县和美环保科技有限公司处置
8	污水处理站	2.6	污泥	污泥	固体	HW49其他废物	772-006-49	T/In	集中后由委托山西国京固体废物处置有限公司、山西科洁环保科技有限公司、泽州县和美环保科技有限公司、泽州县和美环保科技有限公司处置
9	纯水制备过滤工序	1.5	废活性炭和废吸附载体物	废活性炭及吸附物	固体	/	/	/	委托第三方单位处置,即产生即拉走
10	办公生活	6.75	生活垃圾	废纸张等	固体	/	/	/	集中收集后定期委托环卫部门及时清运

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下表。

表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	真空干燥机	连续	室内安装，减振基础
	热风循环干燥箱	连续	室内安装，减振基础
	制粒机	连续	室内安装，减振基础
	引风机	连续	消声器、隔声罩、减振基础
	冷冻机组	连续	室内安装，减振基础
	真空泵	连续	室内安装，减振基础
	空压机	连续	室内布置，进气口安装消声器
	离心机	连续	室内安装，减振基础

5、我公司无重金属污染物产生和排放。

6、变更情况

(1) 环评期间废气治理措施

环评期间 S2 干燥废气主要为有机废气及极少量粉尘，经风道引至有机废气处理装置处理；产品均为晶体，制粒及干燥尾气主要为有机废气，均收集至有机废气处理系统。

环评期间有机废气治理系统采用原料药一车间“碱液 (NaOH) 吸收塔+水吸收塔+活性炭吸附/脱附再生装置”处理，经 P1 排气筒排放。同时对于原料药一车间及罐区内拱顶罐设水封系统，同时，将原料药

一车间及储罐区大小呼吸废气经管道输送至原料药一车间有机废气处理系统处理；原料药二车间储罐设水封系统，经管道输送至原料药二车间有机废气处理系统处理。

(2) 原料药一车间阶段验收验收废气治理措施

①6个反应釜有机废气预处理

根据生产实际需要，建设单位对主要产生二氯甲烷废气的反应釜6个反应釜（编号分别是YL1SBA-005、YL1SBA-007、YL1SBA-008、YL1SBA-009、YL1SBA-0010、YL1SBA-011）进行回收，建设二氯甲烷废气排放量，二氯甲烷回收后剩余不凝气进入主系统做进一步处理。二氯甲烷回收系统介绍如下：产生二氯甲烷废气经通风管道收集至一套“一级低温水喷淋洗涤回收+二级低温水喷淋洗涤回收+一级碱洗去味+二级碱洗喷淋+三级碱洗循环喷淋+三级低温喷淋洗涤+干式过滤+活性炭吸附箱”处理，最后进入主系统进一步处理。

②有机废气治理系统

二氯甲烷回收系统产生的废气经通风管道收集至一套“一级低温水喷淋洗涤回收+二级低温水喷淋洗涤回收+一级碱洗去味+二级碱洗喷淋+三级碱洗循环喷淋+三级低温喷淋洗涤+干式过滤+活性炭吸附箱”处理后，进入主系统与原料一车间其他有机废气、罐区废气、污水处理站废气进入主废气治理系统处理。

主废气治理系统治理措施为：一套“碱液（NaOH）吸收塔+水吸收塔+活性炭吸附/脱附+催化燃烧”处理，经排气筒20m高（DA002）排放。

本生产设备未发生变更，仅是环保治理措施发了变更。

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《2023 年度朔州市环境监管重点单位名录》；我单位属于重点排污单位；依据《固定污染源排污许可分类管理名录（2019 年版）》，我单位属于重点管理单位。

2、根据山西省生态环境厅《关于切实做好 2021 年排污单位自行监测及信息公开工作的通知》晋环函〔2021〕59 号、山西省生态环境厅《关于做好 2022 年排污单位自行监测及执法监测工作的通知》和《朔州市生态环境局关于进一步做好排污单位自行监测工作的通知》朔环函[2022]202 号等文件要求，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）、《排污单位自行监测技术指南 化学合成类制药工业》（HJ883-2017）等文件编制了我公司 2024 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、氮氧化物、林格曼黑度；原料药一车间产生的非甲烷总烃、甲醇、氯化氢、二氯甲烷、丙酮、颗粒物、二氧化硫；厂界无组织颗粒物、甲醇、丙酮、非甲烷总烃、HCl、SO₂、硫化氢、氨及臭气浓度；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、急性毒性、总有机碳、二氯甲烷等；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）自动监测情况

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。

表5 自动监测设备一览表

监测类别	监测点位	监测项目	监测方法及依据	监测设备名称、型号	设备厂家	是否联网	是否验收	运营机构
废水	全厂废水总排口	流量	/	流量计，WL-IAI型	北京九波声迪科技有限公司	是	是	山东中能天融环保科技有限公司北京分公司
		pH	HJ/T96-2003《pH水质自动分析仪》-玻璃电极法	pH水质自动分析仪，ASP660M1-SP200	江苏博克斯科技股份有限公司			
		化学需氧量	HJ828-2017水质化学需氧量的测定重铬酸盐法	化学需氧量（COD _{Cr} ）自动监测仪，HK2007A	南京鸿凯环境科技有限公司			
		氨氮	HJ/T101-2003《氨氮水质自动分析仪技术要求》-水杨酸分光光度法	氨氮水质自动分析仪，HK-NH3-N	南京鸿凯环境科技有限公司			

三、监测内容

（一）大气污染物排放监测

1、监测内容

废气主要来源于生产环节的原料药一车间废气、8t/h 锅炉燃烧废气等，共计 2 个有组织排放口，其中原料药一车间废气排放口 1 个，为主要排放口，锅炉废气排放口 1 个，一般排放口。监测点位、监测项目及监测频次见下表。

表6 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	排放口名称	监测点位	监测项目	监测频次	样品个数	备注
1	固定源	8t/h 天然气锅炉	DA001	排气筒	氮氧化物	1次/月	非连续采样至少3个	
					SO ₂	1次/年	非连续采样至少5个	
					颗粒物、林格曼黑度	1次/年	/	
2	固定源	原料药一车间废气处理设施	DA002	排气筒	TVOC、VOCs	1次/月	非连续采样至少3个	列出的污染物为全部药品生产过程污染物，自行监测时根据实际生产药品检测
					二氧化硫	1次/年	非连续采样至少5个	
					丙酮、氮氧化物、氯化氢、甲醇、二氯甲烷、硫化氢、氨、臭气浓度	1次/年	非连续采样至少3个	
					颗粒物	1次/季度	非连续采样至少3个	
3	无组织	厂界	/	厂界外上风向1个对照点，下风向4个监控点	颗粒物、甲醇、丙酮、NMHC、HCl、硫化氢、氨、SO ₂ 、臭气浓度	1次/半年	每次至少4个样	

2、废气自动监测内容

根据《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）7.4 监测技术手段小节：制药工业—原料药制造排污单位中锅炉烟囱（20t/h 及以上蒸汽锅炉和 14MW 及以上热水锅炉）、危险废物焚烧炉烟囱均应安装颗粒物、二氧化硫、氮氧化物在线自动监控设备。

根据《排污单位自行监测技术指南 化学合成类制药工业》（HJ 883-2017）表 2 标注，设区的市级及以上环境保护主管部门明确要求安装自动监测设备的污染物项目，须采取自动监测。

本公司设置有 8t/h 燃气锅炉废气排放口（DA001）、原料药一车间废气排放口（DA002），不属于 HJ858.1—2017 所要求安装自动监控设备内容，且所在区域生态环境部门未明确要求本公司安装自动监测设备，因此本公司无需废气污染源自动监测。

3、手工监测点位示意图

固定源废气监测点位示意图应标明污染源、处理设施、监测点等位置信息。无组织废气监测点位示意图应在厂区平面布置图上标明监测点位置。

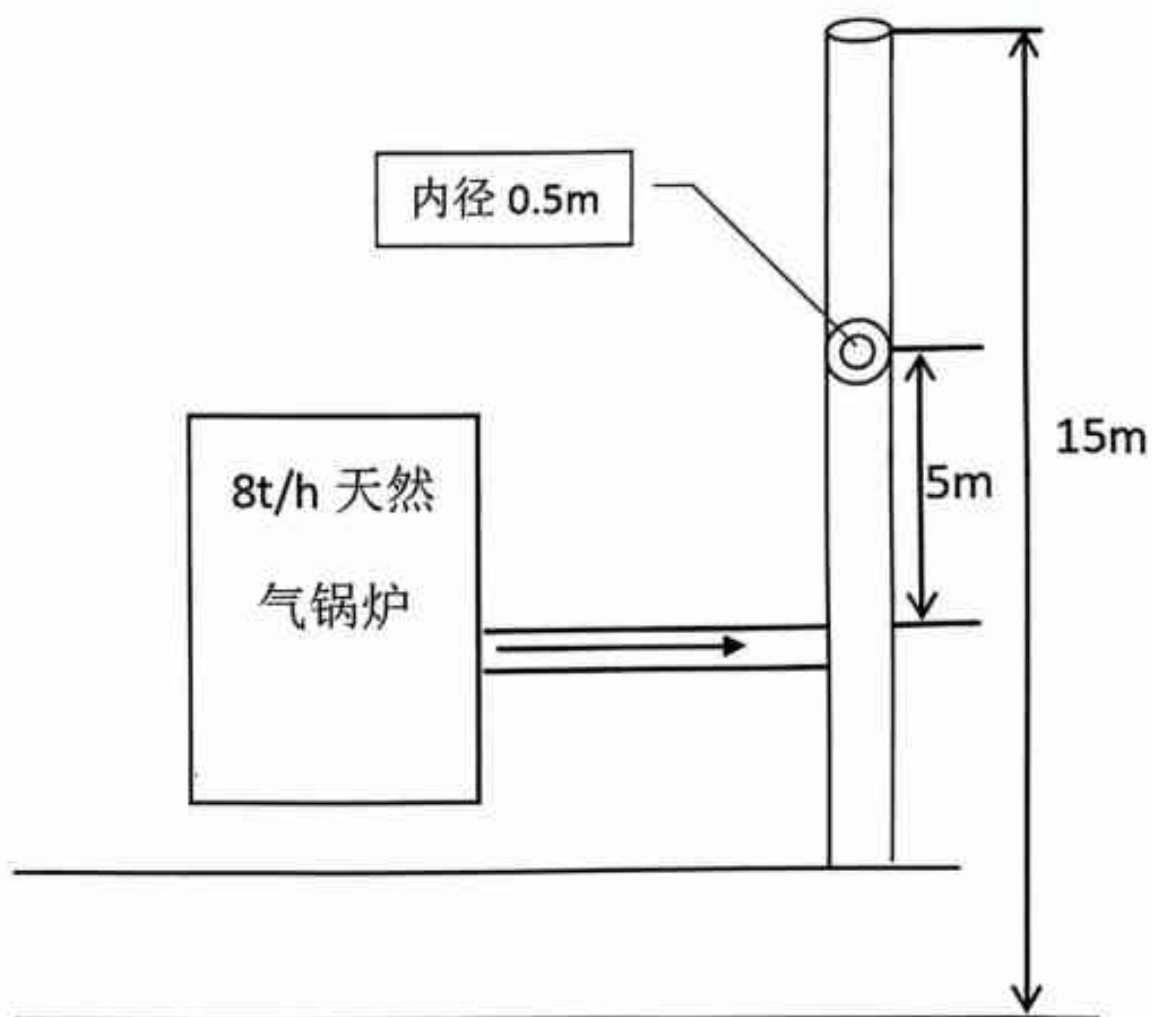


图 17 8t/h 燃气锅炉废气监测点位示意图

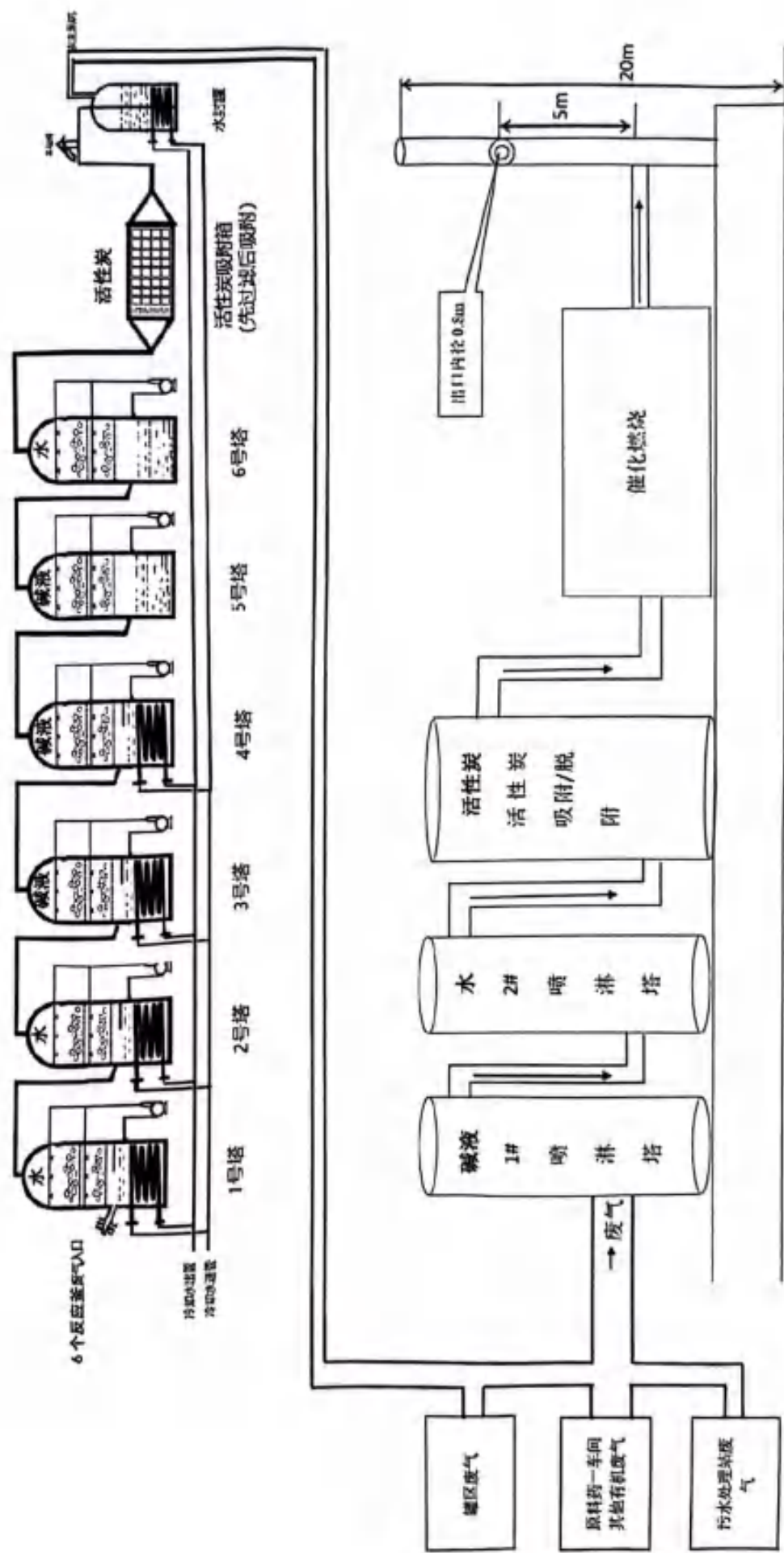


图 18 原料药生产车间废气排气筒监测点位示意图



图 20 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下表。

表7 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	监测分析方法及依据	方法检出限 mg/m ³	监测仪器设备名 称和型号	备注
1	挥发性有机物（以非甲烷总烃计）	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，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 HJ38-2017	0.07	气相色谱仪 Trace 1300 Series	
2	总挥发性有机物	固定源废气监测技术规范 HJ/T 397-2007	包裹好的吸附管置于装有活性炭或活性炭硅胶混合物的干燥器内，并将干燥器放在无有机试剂的冰箱中，4℃保存，可保存7d	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 (HJ 644-2013)	0.3ug/2L	气相色谱质谱联用仪 HNZTYC-FX091	以监测单位 分析方法及 仪器设备为 准
3	甲醇	固定污染源废气监测技术规范 HJ/T397-2007	样品采集后，立即密封吸收瓶，并于2-8℃冷藏保存，48h内完成测定	环境空气和废气 甲醇的测定 变色酸分光光度法 DB14/T 2014-2020	1.45ug/5mL	721 可见分光光度计	
4	HCl	固定污染源废气监测技术规范 HJ/T397-2007	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 HJ548-2016	2	25mL 滴定管	
5	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》及其修改单 GB/T 16157-1996	妥善保存，避免污染。	固定污染源气态低浓度颗粒物的测定重量法 HJ836-2017	1	低浓度自动烟尘烟气综合测试仪 ZR-3260D 型	

序号	监测项目	采样方法及依据	样品保存方法	监测分析方法及依据	方法检出限 mg/m ³	监测仪器设备名称和型号	备注
6	丙酮	固定污染源废气监测技术规范 HJ/T397-2007	吸附采样管采样后,立即用密封帽将采样管两端密封,4℃避光保存,7日内分析。	《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 734-2014	0.01	7890B-5977B型气相色谱质谱联用仪	
7	SO ₂	固定污染源废气监测技术规范 HJ/T397-2007	现场读数	固定污染源废气 二氧化硫的测定 便携式紫外吸收法 HJ 1131-2020	2	便携式紫外烟气综合分析仪 ZR-3211	
8	氨	固定污染源废气监测技术规范 HJ/T397-2007	采样后应尽快分析,以防止吸收空气中的氨。若不能立即分析,2~5℃可保存7d。	空气和废气 氨的测定 纳氏试剂分光光度法 HJ 533-2009	0.01	721 可见分光光度计	
9	硫化氢	固定污染源废气监测技术规范 HJ/T397-2007	采样完直接加显色剂,8小时内分析	《空气和废气监测分析方法》(第四版增补版)》第三篇 第一章 十一(二) 亚甲基蓝分光光度法	0.001	721 可见分光光度计	
10	臭气浓度	HJ905-2017 恶臭污染环境监测技术规范	避光保存	环境空气和废气 臭气的测定 三点比较式臭袋法(HJ 1262—2022)	/	HP-09型无臭制备空压机	
11	二氯甲烷	固定污染源废气监测技术规范 HJ/T397-2007	样品避光保存,尽快分析,放置时间不超过24小时	固定污染源废气挥发性卤代烃的测定气袋采样-气相色谱法 HJ 1006-2018	0.3	G5 气相色谱仪	
12	氟氧化物	固定污染源废气监测技术规范 HJ/T 397-2007	现场读数	固定污染源废气 氟氧化物的测定 便携式紫外吸收法 HJ 1132-2020	一氧化氮 1 二氧化氮 2	便携式紫外烟气综合分析仪 ZR-3211	
13	林格曼黑度	固定污染源废气监测技术规范 HJ/T397-2007	/	固定污染源排放烟气黑度的测定 林格曼烟气黑度图法 HJ/T98-2007	/	林格曼黑度计	

序号	监测项目	采样方法及依据	样品保存方法	监测分析方法及依据	方法检出限 mg/m ³	监测仪器设备名称和型号	备注
14	无组织臭气浓度	《大气污染物无组织排放监测技术导则》(HJ/T55—2000)	避光保存	环境空气和废气 臭气的测定 三点比较式臭袋法 (HJ 1262—2022)	/	HP-09型无臭制备空压机	
15	无组织氨	《大气污染物无组织排放监测技术导则》(HJ/T55—2000)	采样后应尽快分析,以防吸收空气中的氨。若不能立即分析,2~5℃可保存7天。	环境空气 氨的测定 次氯酸钠-水杨酸分光光度法 HJ 534-2009	0.004mg/25L	721 可见分光光度计	
16	无组织氯化氢	《大气污染物无组织排放监测技术导则》(HJ/T55—2000)	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	0.02	离子色谱仪	
17	无组织二氧化硫	《大气污染物无组织排放监测技术导则》(HJ/T55—2000)	短时间采样:采用内装10ml吸收液的多孔玻璃吸收管,以0.5L/min的流量采气 45min~60min,吸收液温度保持在23~29℃范围 2; 4h连续采样:用内装50ml吸收液的多孔玻璃吸收瓶,以0.2L/min的流量连续采样24h。吸收液温度保持在23~29℃范围。	环境空气 二氧化硫的测定 甲醛吸收-副玫瑰苯胺分光光度法 HJ 482-2009	0.007mg/10mL	721 可见分光光度计	
18	无组织氯化氢	《大气污染物无组织排放监测技术导则》(HJ/T55—2000)	样品采集后用连接管(7.6)密封吸收瓶,于4℃以下冷藏保存,48h内完成分析测定。如不能及时分析,应将样品转移至聚乙烯瓶中,于4℃以下冷藏可保存	环境空气和废气 氯化氢的测定 离子色谱法 HJ 549-2016	0.2mg/10L	离子色谱仪	

序号	监测项目	采样方法及依据	样品保存方法	监测分析方法及依据	方法检出限 mg/m ³	监测仪器设备名称和型号	备注
19	无组织甲醇	《大气污染物无组织排放监测技术规范》(HJ/T55—2000)	7d。 样品采集后,立即密封吸收瓶,并于2~8℃冷藏保存,48h内完成测定	环境空气和废气 甲醇的测定 变色酸分光光度法 DB14/T 2014-2020	1.45ug/5mL	721 可见分光光度计	
20	无组织丙酮	《大气污染物无组织排放监测技术规范》(HJ/T55—2000)	样品应于4℃以下密封避光冷藏保存,样品采集后3日内完成试样的制备,制备好的试样在3日内完成分析	环境空气 醛、酮类化合物的测定 溶液吸收-高效液相色谱法 HJ 1154-2020	7ug/2.0mL	高效液相色谱仪	
21	无组织颗粒物	《大气污染物无组织排放监测技术规范》(HJ/T55—2000)	滤膜采集后,应妥善保存后运送至实验室	环境空气 总悬浮颗粒物的测定 重量法 HJ 1263-2022	7ug/m ³	电子天平 SQP	
22	无组织非甲烷总烃	《大气污染物无组织排放监测技术规范》(HJ/T55—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 HJ604-2017	0.07	气相色谱仪 Trace 1300 Series	

(二) 水污染物排放监测

1、监测内容

公司厂区废水主要为生产工艺废水，其他综合废水及生活污水。公司全厂废水经过厂区污水处理站处理后排放，厂区设置一个废水总排口；污水处理站采用“UV-H₂O₂-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”污水处理工艺，处理规模为 200m³/d。监测点位、监测项目及监测频次见下两表。

表8 废水污染物手工监测内容一览表

序号	排放口编号	监测点位	监测项目	监测频次	样品个数	测试要求
1	DW001	全厂废水总排口	总磷、总氮	1次/月	每次瞬时采样至少3个	正常工况
			悬浮物、色度、BOD ₅ 、急性毒性、总有机碳、二氯甲烷、动植物油	1次/季度		
2	DW003	车间废水排放口	烷基汞	1次/年	每次瞬时采样至少3个	正常工况

表9 雨水手工监测内容一览表

序号	排放口编号	监测点位	监测项目	监测频次	样品个数	测试要求
1	DW002	全厂雨水总排口	pH、化学需氧量、氨氮、悬浮物	日(排放期间监测)	每次瞬时采样至少3个	正常工况

表10 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	全厂废水总排口	流量、pH、化学需氧量、氨氮	在线监测故障时采用手工监测，1次/6小时	正常工况

2、手工监测点位示意图

厂区废水污染源、处理设施、监测点、排放口等信息见下图。

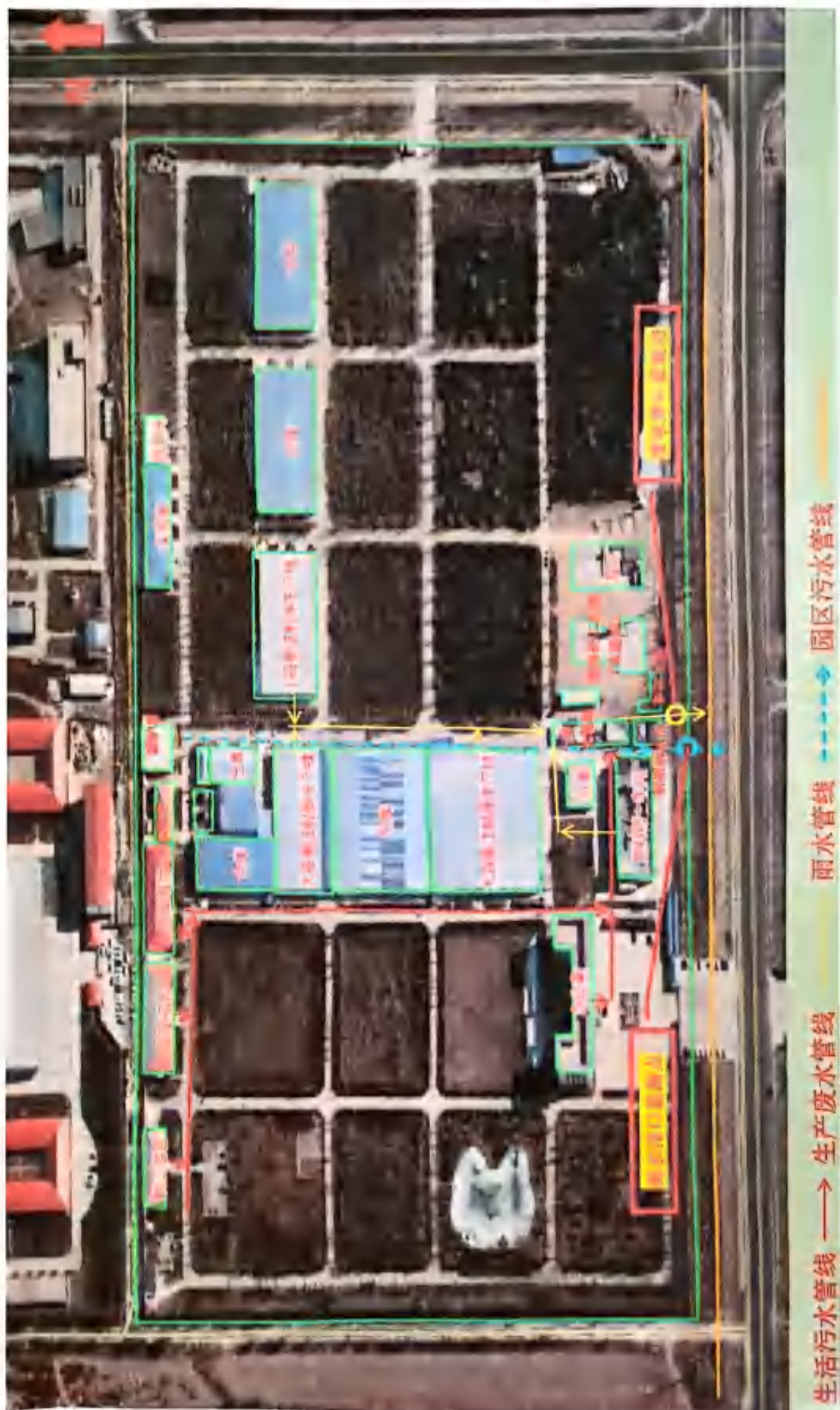


图 21 废水监测点位示意图

3、手工监测方法及使用仪器

废水污染物手工监测方法及使用仪器情况见下表。

表11 废水污染物手工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	监测分析方法及依据	方法检出限 mg/L	监测仪器设备名称 和型号	备注
1	pH值	《污水监测技术规范》 (HJ/T91.1-2019)	最好现场测定,否则,样品保持在0-4℃	水质 pH值的测定 电极法 HJ 1147-2020	/	pH计 ST2100	在线监测故障时, pH、CODcr、氨氮采用手工监测,1次/6小时,分析方法及仪器设备以监测单位等为准
2	CODcr		置于玻璃瓶中,4℃下保存	水质化学需氧量的测定重铬酸盐法 HJ 828-2017	4	滴定管	
3	氨氮		加硫酸使水样酸化至pH<2,2-5℃下可保存7d	水质氨氮的测定纳氏试剂分光光度法 HJ 535-2009	0.025	可见分光光度计 721	
4	总磷		冷藏保存	水质总磷的测定钼酸铵分光光度法 GB/T11893-1989	0.01	可见分光光度计 721	
5	总氮		浓硫酸调节 pH值至 1~2	水质总氮的测定碱性过硫酸钾消解紫外分光光度法 HJ 636-2012	0.05	紫外可见分光光度计 752	
6	悬浮物		4℃冷藏保存	水质悬浮物的测定重量法 GB/T11901-1989	4	电子天平 SQP	
7	BOD ₅		0-4℃冷藏	水质五日生化需氧量(BOD ₅)的测定稀释与接种法 HJ 505-2009	0.5	溶解氧测定仪	
8	色度		贮存于暗处	水质色度的测定 稀释倍数法 HJ 1182-2021	2倍	/	
9	二氯甲烷		样品采集后冷藏运输,运回实验室后应立即放入冰箱中,在4℃以下保存,14d内分析完毕,样品存放区域应无有机物干扰。	水质挥发性和有机物的测定吹扫捕集/气相色谱-质谱法 HJ 639-2012	0.5ug/L	气质联用仪(吹扫捕集)型号:Trace 1300 Series-ISQ 7000	

(三) 厂界噪声监测

1、监测内容

根据《排污单位自行监测技术指南 总则》(HJ 819-2017), 5.4.1.2

噪声布点应遵循以下原则:

- a) 根据厂内主要噪声源距厂界位置布点;
- b) 根据厂界周围敏感目标布点;
- e) 厂界紧邻交通干线不布点;

本公司南侧和东侧均为快速路, 不布点, 在西侧和北侧布置分别布置 1 个点, 厂区周围 200m 范围内无噪声敏感点, 最近声环境敏感点均大于 1000m, 结合环评, 厂界噪声监测内容见下表。

表12 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	监测要求	方法检出限	仪器设备名称和型号
厂界四周布设 2 个噪声点	厂界西 1#	L_{eq} 、 L_{10} 、 L_{50} 、 L_{90}	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)	生产负荷大于 75%, 无雨雪、无雷电天气, 风速在 5m/s 下进行。	35dB (A)	多功能声级计 AWA5680
	厂界北 2#						

2、监测点位示意图



注：▲表示噪声监测点位

图 22 噪声监测布点示意图

（四）土壤环境质量监测

根据《2023 年度朔州市环境监管重点单位名录》，我公司属于土壤污染重点监管单位，土壤环境质量监测见表 13。

（五）排污单位周边环境质量监测

根据《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》、《山西诺成制药有限公司改扩建年产 2×63 吨氨基酸衍生物系列和年产 2×4 吨西咪替丁原料药产品生产线项目环境影响报告书》及其批复等文件要求，我单位需开展周边环境质量监测，监测内容是土壤和地下水环境。

1、监测内容

环境质量监测点位、项目、频次见下表。

表13 排污单位周边环境质量监测内容一览表

监测类别	监测点位	监测项目	监测频次	样品个数	备注

土壤	占地范围内	原料药一车间南(柱状样)	pH、二氯甲烷、甲醇、丙酮	1次/3年	3个	0-0.5m 0.5-1.5m 1.5-3.0m
		污水处理区(柱状样)	pH、二氯甲烷、甲醇、丙酮	1次/3年	3个	0-0.5m 0.5-1.5m 1.5-3.0m
		拟建原料药二车间南(柱状样)	pH、二氯甲烷、甲醇、丙酮	1次/3年	3个	0-0.5m 0.5-1.5m 1.5-3.0m
	占地范围外	绿化带(表层样)	pH、二氯甲烷、甲醇、丙酮	1次/3年	1个	0-0.5m
地下水	M1 污水处理站上游	pH、氨氮、硝酸盐、亚硝酸盐、氟化物、总硬度、溶解性总固体、耗氧量、硫酸盐、氯化物、二氯甲烷,同时记录井深和水位	1次/年	1个	井深: 6m 水位埋深: 4.4m	
	M2 原料药一车间下游			1个	井深: 6m 水位埋深: 4.3m	
	M ³ 初期水收集池下游			1个	井深: 6m 水位埋深: 4.3m	

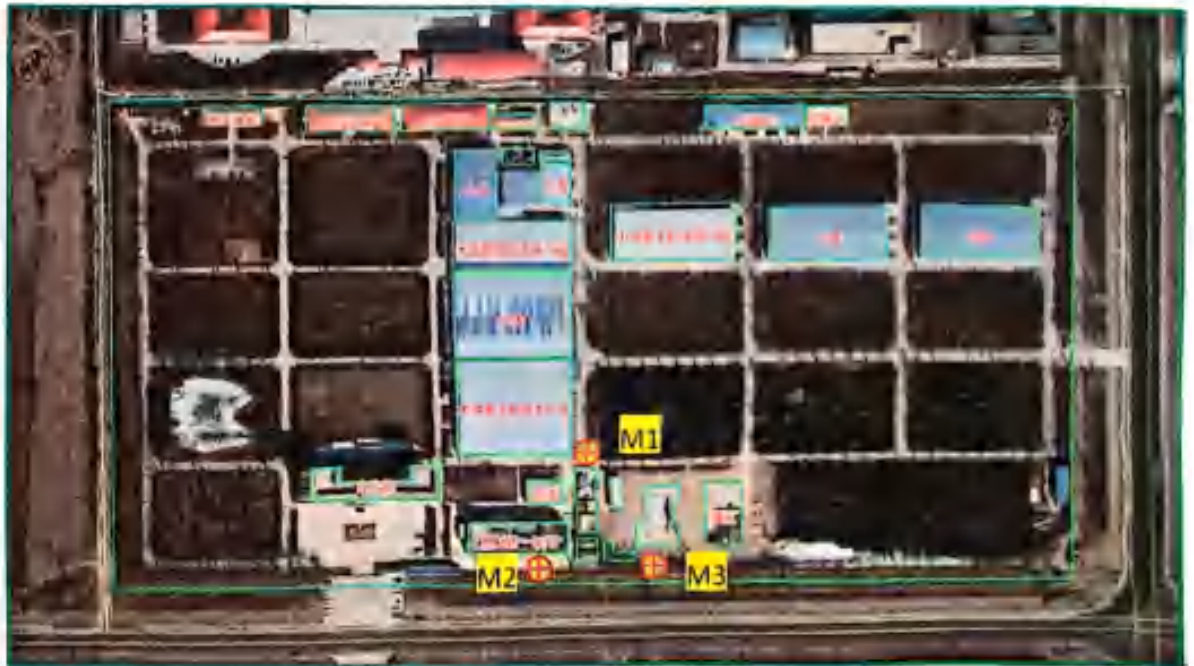


图 23 地下水监测点位布置图



图 24 土壤监测点位布置图

2、监测方法及使用仪器

监测方法及使用仪器情况见下表。

表14 排污单位周边环境质量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	监测分析方法及依据	方法检出限 mg/l	监测仪器名称和型号			
1	土壤	二氯甲烷	《土壤环境监测技术规范》 HJ/T166-2004	原样保存	《土壤和沉积物挥发性有机物的测定吹扫捕集/气相色谱-质谱法》(HJ 605-2011)	1.5ug/kg	气相色谱质谱联用仪			
		甲醇								
		丙酮								
		pH						《土壤 pH 值的测定 电位法》(HJ 962-2018)	/	pH 计
		pH						玻璃电极法 GB/T5750.4-2006	/	pH 计
		氨氮						用 H ₂ SO ₄ 酸化, pH1~2, 1~5℃	纳氏试剂分光光度法 GB/T5750.5-2006	0.02
2	地下水	硝酸盐	地下水环境监测技术规范 HJ/T164-2020	1~5℃保存	紫外分光光度法 GB/T5750.5-2006	0.02	离子色谱仪			
		亚硝酸盐		原样保存	重氮偶合分光光度法 GB/T5750.5-2006	0.001	紫外可见分光光度计			
		氯化物		0~5℃低温避光保存	《水质无机阴离子的测定离子色谱法》(HJ84-2016)	0.006	离子色谱仪			
		总硬度		1L 水样中加浓 HNO ₃ 10ml 酸化	乙二胺四乙酸二钠滴定法 GB/T5750.4-2006	1.0	滴定管			
		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	滴定管			
		硫酸盐		原样保存	钍钼分光光度法 (热法) GB/T5750.5-2006	5	离子色谱仪			
		氯化物		原样保存	硝酸汞容量法 GB/T5750.5-2006	1.0	离子色谱仪			
		二氯甲烷		加酸, pH < 2, 4℃冷藏	《水质挥发性有机物的测定 吹扫捕集/气相色谱-质谱法》(HJ 639-2012)	0.5ug/L	气相色谱质谱联用仪			

四、自行监测质量控制

(一) 手工监测质量控制

1、监测单位和人员要求：山西诺成制药有限公司委托山西华涵净环境检测有限公司开展自行监测工作，该单位经过山西省质量技术监督局组织的资质认定工作，资质认定证书的编号为 200412051106，有效期为 2020 年 6 月 30 日至 2026 年 6 月 29 日，2020 年 6 月 10 日在山西省生态环境厅备案。监测机构人员全部通过专业的考核后持证上岗。

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，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。现场检测紫外吸收法测定二氧化硫和氮氧化物时应当提前校准仪器。采集颗粒物时要加设

现场空白滤筒（膜），采集的气态污染物时要选用合适的采样管、连接管和滤料。采样管材质不吸收且不与待测污染物发生反应。按规范要求每次监测增加空白样、平行样。样品保存和运送期间要注意避光和控温。

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《污水监测技术规范》（HJ91.1-2019）、《地下水环境监测技术规范》（HJ164-2020）发布等相关标准及规范的要求进行，按规范要求现场采样时增加空白样、平行样等质控措施。样品按照相关标准进行保存和交接流转。分析人员严格按照分析技术方法，定期进行标准曲线的绘制，确保分析数据科学准确。

6、样品需及时运送到实验室内进行有效的分析化验，在规定的期限内分析完毕。每批样品至少应做一个全程序空白样，实验室根据样品数量安排质控样、平行样和加标回收样品的测定。

7、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。

8、土壤监测要求：土壤样品采集方法按照 HJ 25.2、HJ/T 166 和

HJ 1019 的要求进行。土壤样品的保存、流转和制备按照 GB/T 32722、HJ 25.2、HJ/T 166 和选取分析方法的要求进行。样品分析方法的选用应充分考虑污染物性质及所采用分析方法的检出限和干扰等因素。

9、记录报告要求：现场监测和实验室分析原始记录详细、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：我公司委托山东中节能天融环保技术有限公司北京分公司负责运行和维护。

2、废水污染物自动监测要求：按照《水污染源在线监测系统（COD_{cr}、NH₃-N 等）运行技术规范》（HJ355-2019）和《水污染源在线监测系统（COD_{cr}、NH₃-N 等）数据有效性判别技术规范》（HJ356-2019）对自动监测设备进行各类比对、校验和维护。

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，保存五年。

五、执行标准

各类污染物排放执行标准见下表。

表15 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
固定源废气	1	80t 燃气锅炉	《锅炉大气污染物排放标准》DB14/1929-2019 排放限值	颗粒物	5mg/m ³	执行标准
				二氧化硫	35mg/m ³	
			氮氧化物	50mg/m ³		
			林格曼黑度	林格曼黑度≤1级		
			TVOC	100mg/m ³		
			挥发性有机物(以NMHC计)	60mg/m ³	环评要求执行标准	
			颗粒物	20mg/m ³		
			HCl	30mg/m ³		
			SO ₂	200mg/m ³		
			甲醇	20mg/m ³		
		丙酮	60mg/m ³			
		二甲甲烷	100mg/m ³	排污许可证标准		
		硫化氢	5mg/m ³			
		氨	20mg/m ³	/		
		NMHC	2.0mg/m ³			
		甲醇	1.0mg/m ³			
		丙酮	1.0mg/m ³			
		颗粒物	1.0mg/m ³	环评要求执行标准		
		SO ₂	0.4mg/m ³			
		氯化氢	0.2mg/m ³	/		
		硫化氢	0.06	/		
		氨	1.5	/		
		臭气浓度	20	/		
		pH	6-9			
		COD	≤500mg/L			
		BOD ₅	≤200mg/L			
		氨氮	≤45mg/L			
		总氮	≤55mg/L			
		总磷	≤8mg/L			
		SS	≤400mg/L			
		pH	/			
		COD	/			
		氨氮	/			
		悬浮物	/			
厂界噪声	1	厂界 1#-2#点	《工业企业厂界环境噪声排放标准》GB12348-2008 3类标准	昼间:等效连续 A 声级	65dB (A)	环评要求执行标准
				夜间:等效连续 A 声级	55dB (A)	