

沧州达峰化学有限公司
生产经营 20 吨医药中间体项目
竣工环境保护验收监测报告

建设单位：沧州达峰化工有限公司

2019 年 9 月

目 录

1.项目概况	4
2.验收依据	6
2.1 法律、法规.....	6
2.2 验收技术规范.....	6
2.3 工程技术文件及批复文件.....	6
3.项目建设情况	7
3.1 地理位置.....	7
3.2 建设内容.....	7
3.3 原辅材料.....	16
3.4 水源及水平衡.....	17
3.5 工艺流程.....	19
3.5.1 比阿培南侧链工程分析	19
3.5.2 多尼培南侧链工程分析.....	44
3.5.2.1DF1002-1 生产工艺.....	44
3.5.3 厄他培南侧链工程分析.....	错误！未定义书签。
3.5.4 泰比培南侧链工程分析.....	错误！未定义书签。
3.5.5 利奈唑胺中间体工程分析.....	错误！未定义书签。
3.5.6 托法替尼中间体工程分析.....	错误！未定义书签。
3.5.7 伊鲁替尼中间体工程分析.....	错误！未定义书签。
3.5.8 五氯苯腈工程分析.....	错误！未定义书签。
3.6 项目变动情况.....	错误！未定义书签。
4.环境保护措施	错误！未定义书签。
4.1 施工期主要污染源及治理措施.....	错误！未定义书签。
4.2 污染治理设施.....	错误！未定义书签。
4.2.1 废气污染防治措施	错误！未定义书签。
4.2.2 废水污染防治措施	错误！未定义书签。
4.2.3 噪声防治措施	错误！未定义书签。
4.2.4 固废防治措施	错误！未定义书签。
4.3 其他环境保护设施.....	错误！未定义书签。
4.3.1 环境风险防范措施	错误！未定义书签。
4.3.2 排污口规范化建设、监测设施及在线监测装置.....	错误！未定义书签。
4.4 环保设施投资及“三同时”落实情况	错误！未定义书签。
5.环评主要结论及环评批复要求	错误！未定义书签。
5.1 项目环评单位及主要环评结论	错误！未定义书签。
5.2 项目环评批复单位及批复意见	错误！未定义书签。
6.验收执行标准	错误！未定义书签。
6.1 验收执行标准	错误！未定义书签。
6.2 总量控制指标	错误！未定义书签。
7.验收监测内容	错误！未定义书签。
7.1 废气监测	错误！未定义书签。
7.2 废水监测	错误！未定义书签。
7.3 噪声监测	错误！未定义书签。

8.质量保证及质量控制	错误！未定义书签。
8.1 监测分析方法及仪器	错误！未定义书签。
8.2 质量控制	错误！未定义书签。
9.验收监测结果	错误！未定义书签。
9.1 生产工况	错误！未定义书签。
9.2 废气监测结果及评价	错误！未定义书签。
9.3 废水监测结果及评价	错误！未定义书签。
9.4 噪声监测结果及评价	错误！未定义书签。
9.5 污染物排放总量核算	错误！未定义书签。
10.环境管理检查	错误！未定义书签。
10.1 环保管理机构	错误！未定义书签。
10.2 施工期环境管理	错误！未定义书签。
10.3 运行期环境管理	错误！未定义书签。
10.4 社会环境影响情况调查	错误！未定义书签。
10.5 环境管理情况分析	错误！未定义书签。
11.验收监测结论.....	错误！未定义书签。
11.1 废气.....	错误！未定义书签。
11.2 废水.....	错误！未定义书签。
11.3 噪声.....	错误！未定义书签。
11.4 固废.....	错误！未定义书签。
11.5 污染物排放总量.....	错误！未定义书签。
12.建设项目竣工环境保护“三同时”验收登记表	错误！未定义书签。

附图

- 1、地理位置图
- 2、周边关系图
- 3、平面布置图

附件

- 1、项目环境影响报告书批复
- 2、排污许可证
- 3、危险废物处理合同
- 4、企业事业单位突发环境事件应急预案备案表
- 5、检测报告

1.项目概况

沧州达峰化学有限公司（统一社会信用代码：91130931MA07Q50F1P）是苏州百事特生物科技有限公司为了在沧州发展医药事业而成立的控股子公司，在沧州临港经济技术开发区西区建设“生产经营 20 吨医药中间体项目”，该项目产品属于《国民经济行业分类》（GB/T4754-2017）中 C 类制造业第 27 项“医药制造业”中第 2710 项“化学药品原料药制造”，建设性质为新建。项目总投资 10141.46 万元，总占地面积为 13814.35m²，总建筑面积为 7126.5m²，建设甲类生产车间 1 座，丙类组合车间 1 座，生产辅助用房 1 座，办公楼 1 座，门卫 1 座，预计年产比阿培南侧链 2 吨、多尼培南侧链 1 吨、泰比培南侧链 1 吨、厄他培南侧链 1 吨、伊鲁替尼中间体 0.5 吨、托法替尼中间体 0.5 吨、利奈唑胺中间体 0.5 吨、五氯苯腈 5 吨。每年无储存经营三氯化硼 6.5 吨、环氧乙烷 2 吨。

沧州达峰化学有限公司 2016 年 8 月委托河北德源环保科技有限公司对该项目进行环境影响评价工作，编制了《沧州达峰化学有限公司生产经营 20 吨医药中间体项目环境影响评价报告书》，报告书于 2017 年 1 月 26 日通过沧州渤海新区行政审批局审批，审批文号为沧渤审环字[2017]05 号。2018 年 6 月委托沧州圣力安全与环境科技咨询有限公司编制项目变更报告，2018 年 7 月通过沧州临港经济技术开发区行政审批局审批。

项目于 2017 年 8 月 20 日开工建设，2019 年 5 月 15 日工程竣工调试。2018 年 9 月 19 日申领了排污许可证，排污许可证编号：PWX-130965-0048-18。

根据《中华人民共和国环境保护法》和《建设项目环境保护管理条例》（国务院第 682 号令）等有关规定，按照环境保护设施与主体工程同时设计、同时施工、同时投入使用的“三同时”制度要求，建设单位需查清工程在施工过程中对环境的影响报告书和工程设计文件所提出的环境保护措施和要求的落实情况，调查分析工程在建设和试运行期间对环境造成的实际影响及可能存在的潜在影响，是否已采取有效的环境保护预防、减缓和补救措施，全面做好环境保护工作，为工程竣工环境保护验收提供依据。

我公司参照环保部《建设项目竣工环境保护验收暂行办法》和河北省环境保护厅《建设项目环境影响评价文件审批及建设单位自主开展环境保护设施验收工作指引（试行）》有关要求，自 2019 年 6 月 28 日开始开展相关验收调查工作，同

时委托河北欣蓝环境科技有限公司于 2019 年 7 月 11 日至 12 日进行了竣工验收检测并出具检测报告。我公司根据现场调查情况和检测报告按照《建设项目竣工环境保护验收技术指南 污染影响类》编制完成竣工环境保护验收报告。

2.验收依据

2.1 法律、法规

- (1)《中华人民共和国环境保护法》，(2015 年 1 月 1 日起施行)；
- (2)《中华人民共和国环境影响评价法》，(2018 年 12 月 29 日起施行)；
- (3)《中华人民共和国水污染防治法》(2018 年 1 月 1 日起施行)；
- (4)《中华人民共和国大气污染防治法》，(2018 年 10 月 26 日施行)；
- (5)《中华人民共和国环境噪声污染防治法》，(2018 年 12 月 29 日起施行)；
- (6)《中华人民共和国固体废物污染环境防治法》，(2016 年 11 月 7 日修订)；

2.2 验收技术规范

- (1)《建设项目竣工环境保护验收暂行办法》(国环规环评〔2017〕4 号)；
- (2)关于印发《建设项目环境影响评价文件审批及建设单位自主开展环境保护设施验收工作指引(实行)》的通知(冀环办字函[2017]727 号)；
- (3)《建设项目竣工环境保护验收技术规范 制药》(HJ792-2016)；
- (4)《建设项目竣工环境保护验收技术指南 污染影响类》(2018 年 5 月 16 日)；

2.3 工程技术文件及批复文件

- (1)《沧州达峰化学有限公司生产经营 20 吨医药中间体项目环境影响评价报告书》(河德源环保科技有限公司，2017 年 1 月)；
- (2) 沧州渤海新区行政审批局关于《沧州达峰化学有限公司生产经营 20 吨医药中间体项目环境影响评价报告书项》的批复，沧渤审环字[2017]05 号；
- (3)《沧州达峰化学有限公司生产经营 20 吨医药中间体项目环境影响变更报告》(沧州圣力安全与环境科技咨询有限公司，2018 年 6 月)；
- (4) 沧州临港经济技术开发区行政审批局关于《沧州达峰化学有限公司生产经营 20 吨医药中间体项目环境影响变更报告》的批复意见；
- (5)《沧州达峰化学有限公司生产经营 20 吨医药中间体项目竣工环境保护验收监测报告》(河北众智检验[2019]07011 号，2019 年 8 月)；
- (6) 沧州达峰化学有限公司提供的其它相关资料。

3.项目建设情况

3.1 地理位置

沧州临港经济技术开发区西区，经五路以西，纬二路以北，厂址中心坐标为北纬 38°20'26.46"，东经 117°31'23.41"。项目周边情况见下表：

表 3.1-1 验收项目周边情况

周边环境情况	西侧	北京恩泽嘉事制药有限公司河北分公司(在建)
	南侧	隔支二路为绿涛环保科技（沧州）有限公司
	北侧	海格瑞（空地）
	东侧	北京同济达药业有限公司（在建）

3.2 建设内容

沧州达峰化学有限公司生产经营 20 吨医药中间体项目组成包括：主体工程（甲类车间 1 座和丙类组合车间 1 座）；辅助工程（生产辅助用房、办公楼、门卫等）；公用工程（供电系统、给水管网、排水管网、供热系统、氮气系统、压缩空气系统、消防系统、循环水站、制冷系统）；储运工程（甲类仓库 1 座，备案库 1 座）；环保工程（废气处理、污水处理、噪声治理、固废贮存等）。

审批建设内容与实际建设内容对比表 3.2-1，设备对比表见表 3.2-2。

表 3.2-1 审批建设内容与实际建设内容对比

序号	审批建设内容	实际建设内容	备注
1	建设单位：沧州达峰化学有限公司	建设单位：沧州达峰化学有限公司	一致
2	建设地点：沧州临港经济技术开发区西区，经五路以东，纬二路以北	建设地点：沧州临港经济技术开发区西区，经五路以东，纬二路以北	一致
3	项目名称：生产经营 20 吨医药中间体	项目名称：生产经营 20 吨医药中间体	一致
4	设计生产能力：比阿培南侧链 2 吨、多尼培南侧链 1 吨、泰比培南侧链 1 吨、厄他培南侧链 1 吨、伊鲁替尼中间体 0.5 吨、托法替尼中间体 0.5 吨、利奈唑胺中间体 0.5 吨、五氟苯腈 5 吨。每年无储存经营三氯化硼 6.5 吨、环氧乙烷 2 吨	设计生产能力：比阿培南侧链 2 吨、多尼培南侧链 1 吨、泰比培南侧链 1 吨、厄他培南侧链 1 吨、伊鲁替尼中间体 0.5 吨、托法替尼中间体 0.5 吨、利奈唑胺中间体 0.5 吨、五氟苯腈 5 吨。每年无储存经营三氯化硼 6.5 吨、环氧乙烷 2 吨	一致
5	生产厂房：甲类车间一 1 座，建筑面积 1230m ² ，分为三个区域；丙类组合车间 1 座，建筑面积 1530m ²	生产厂房：生产厂房：甲类车间一 1 座，建筑面积 1230m ² ，分为三个区域；丙类组合车间 1 座，建筑面积 1530m ²	一致
	生产辅助用房：1 座，2 层，建筑面积 1146m ² 。	生产辅助用房：1 座，2 层，建筑面积 1146m ² 。	一致
	办公楼：1 座，5 层，建筑面积 850m ²	办公楼：1 座，5 层，建筑面积 850m ²	一致
	门卫：1 座，1 层，建筑面积 36m ² 。	门卫：1 座，1 层，建筑面积 36m ² 。	一致

序号	审批建设内容	实际建设内容	备注
	供水系统：由沧州临港经济技术开发区西区自来水管网供给	供水系统：由沧州临港经济技术开发区西区自来水管网供给	一致
	消防及事故处理系统：1 座 660m ³ 消防水池 1 座，1 座 520m ³ 消防废水池（兼初期雨水池）	消防及事故处理系统：1 座 660m ³ 消防水池 1 座，1 座 520m ³ 消防废水池（兼初期雨水池）	一致
	排水系统：采用雨污分流，雨水经厂区雨水管网排入园区雨水管网；高盐废水、高浓度有机废水、洗釜废水、真空泵排水和化验废水在废水收集池收集后采用“三效蒸发系统”进行蒸发预处理、冷凝液同其他废水还有经化粪池处理的生活污水经厂区污水管网排入厂区污水处理站处理，最终排入沧州绿源水处理有限公司临港污水处理厂处理	排水系统：采用雨污分流，雨水经厂区雨水管网排入园区雨水管网；高盐废水、高浓度有机废水、洗釜废水、真空泵排水和化验废水在废水收集池收集后采用“三效蒸发系统”进行蒸发预处理、冷凝液同其他废水还有经化粪池处理的生活污水经厂区污水管网排入厂区污水处理站处理，最终排入沧州绿源水处理有限公司临港污水处理厂处理	一致
	供电系统：沧州临港经济技术开发区西区供电系统供给	供电系统：沧州临港经济技术开发区西区供电系统供给	一致
	供热系统：主要为生产用热由园区蒸汽管网提供，本项目不建设锅炉	供热系统：主要为生产用热由园区蒸汽管网提供，本项目不建设锅炉	一致
	供气系统：本项目无需天然气。项目采用 1 台 3m ³ /min 螺杆压缩机为生产厂房提供压缩空气；项目外购钢瓶装液氮。	供气系统：本项目无需天然气。项目采用 1 台 3m ³ /min 螺杆压缩机为生产厂房提供压缩空气；项目外购钢瓶装液氮。	一致
	真空系统：系统真空泵采用水环真空泵	真空系统：系统真空泵采用水环真空泵	一致
	循环水站：设 2 座 20m ³ /h 循环水塔，2 个 200m ³ 循环水池	循环水站：设 2 座 20m ³ /h 循环水塔，2 个 200m ³ 循环水池	一致
	制冷系统：设 1 台制冷量为 20 万大卡/小时的冷冻机组，采用 R134a 制冷剂，为各单元提供冷冻水	制冷系统：设 1 台制冷量为 20 万大卡/小时的冷冻机组，采用 R134a 制冷剂，为各单元提供冷冻水	一致
	甲类仓库：1 座，1 层，建筑面积 1230m ² （内含危废库 45m ² ）	甲类仓库：1 座，1 层，建筑面积 1230m ² （内含危废库 45m ² ）	一致
6	备件库：1 座，1 层，建筑面积 65m ²	备件库：1 座，1 层，建筑面积 65m ²	一致
	甲类车间一 DF1001-4、DF1001-5、DF1002-3、DF1003、DF1005、DF1006、DF1007、DF1008 产品工艺废气、离心间废气、干燥废气及废水蒸发系统废气、危废间废气 5 股废气经“水喷淋+碱喷淋+活性炭吸附”处理，甲类车间一其他产品废气经“碱喷淋+RCO 催化燃烧”处理后经 1 根 25m 排气筒（1 号）排放；	甲类车间一 DF1001-4、DF1001-5、DF1002-3、DF1003、DF1005、DF1006、DF1007、DF1008 产品工艺废气、离心间废气、干燥废气及废水蒸发系统废气、危废间废气 5 股废气经“水喷淋+碱喷淋+活性炭吸附”处理，甲类车间一其他产品废气经“碱喷淋+RCO 催化燃烧”处理后经 1 根 25m 排气筒（1 号）排放；	一致
	污水处理站废气经“碱液喷淋”处理后经 1 根 15m 排气筒（2 号）排放	污水处理站废气经“碱液喷淋”处理后经 1 根 15m 排气筒（2 号）排放	一致
7	高盐废水、高浓度有机废水、洗釜废水、真空泵排水和化验废水在废水收集池收	高盐废水、高浓度有机废水、洗釜废水、真空泵排水和化验废水在废水收集池收	一致

序号	审批建设内容	实际建设内容	备注
	集后采用“三效蒸发系统”进行蒸发预处理、冷凝液同其他废水还有经化粪池处理的生活污水经厂区污水管网排入厂区污水处理站处理，最终排入沧州绿源水处理有限公司临港污水处理厂处理，项目设处理能力 25m ³ /d，“（微电解+氧化+絮凝沉淀）预处理+（厌氧+A/O 生物处理+MBR）综合处理”工艺污水处理站 1 座，并安装 1 套在线监测设施	集后采用“三效蒸发系统”进行蒸发预处理、冷凝液同其他废水还有经化粪池处理的生活污水经厂区污水管网排入厂区污水处理站处理，最终排入沧州绿源水处理有限公司临港污水处理厂处理，项目设处理能力 25m ³ /d，“（微电解+氧化+絮凝沉淀）预处理+（厌氧+A/O 生物处理+MBR）综合处理”工艺污水处理站 1 座，并安装 1 套在线监测设施	
8	项目选用低噪声符合国家标准设备；均设置减振、隔声、消声装置等	项目选用低噪声符合国家标准设备；均设置减振、隔声、消声装置等	一致
9	设危废贮存库 1 处，其他废物利用带有标志的专用容器收集后贮存于危废库房，危废库分区设置，分类存放，委托有资质单位进行处置	设危废贮存库 1 处，其他废物利用带有标志的专用容器收集后贮存于危废库房，危废库分区设置，分类存放，委托有资质单位进行处置	一致
	污水处理站污泥鉴别前按危险废物进行管理，贮存桶收集暂存于危废库，委托有资质单位进行处置	目前暂未产生，待产生后按危险废物进行管理，贮存桶收集暂存于危废库，委托有资质单位进行处置	一致
	--	增加程序柱进行过滤，废硅胶为危险废物在危废间暂存后交友资质单位处理	新增
	生活垃圾由环卫部门清运处理。	生活垃圾由环卫部门清运处理。	一致
10	厂区设 520m ³ 的消防废水池（兼初期雨水池）1 座	厂区设 520m ³ 的消防废水池（兼初期雨水池）1 座	一致

表 3.2-2 验收项目主要生产设备对比一览表

序号	环评及批复要求				实际情况			审核结果
	设备名称	规格型号	数量	备注	规格型号	数量	备注	
一、比阿培南侧链 DF1001 生产设备								
1	R0101A	1000L	1	与 DF1002-4、DF1002-5 共用	1000L	1	与 DF1002-4、DF1002-5 共用	一致
2	L0101 A	1200L	1		1200L	1		一致
3	S0101A	1000L	1	与 DF1001-5、DF1001-9、DF1002-1、DF1008 共用	1000L	1	与 DF1001-5、DF1001-9、DF1002-1、DF1008 共用	一致
DF1001-2								
4	R0103D	2000	1	与 DF1001-4 和 DF1003 共用	2000	1	与 DF1001-4 和 DF1003 共用	一致
5	R0103E	2000	1	与 DF1001-5、DF1002、	2000	1	与 DF1001-5、DF1002、DF1003	一致

序号	环评及批复要求				实际情况			审核结果
	设备名称	规格型号	数量	备注	规格型号	数量	备注	
				DF1003 共用			共用	
6	C0101A	300L	1	DF1001 产品工艺共用	300L	1	DF1001 产品工艺共用	一致
DF1001-3								
7	R0102A	500L	1		500L	1		一致
DF1001-4								
8	R0103E	2000L	1	与 DF1001-2、DF1001-5、DF1002、DF1003 共用	2000L	1	与 DF1001-2、DF1001-5、DF1002、DF1003 共用	一致
9	R0103D	2000	1	与 DF1001-2 和 DF1003 共用	2000	1	与 DF1001-2 和 DF1003 共用	一致
DF1001-5								
10	R0103E	2000	1	与 DF1001-2、DF1001-4、DF1002、DF1003 共用	2000	1	与 DF1001-2、DF1001-4、DF1002、DF1003 共用	一致
11	R0103F	2000	1	与 DF1005	2000	1	与 DF1005	一致
12	C0101A	300L	1	DF1001 产品工艺共用	300L	1	DF1001 产品工艺共用	一致
13	L0101B	1000L	1	与 DF1006、DF1007 共用	1000L	1	与 DF1006、DF1007 共用	一致
14	S0101A	1000L	1	与 DF1001-1、DF1001-9、DF1002-1、DF1008 共用	1000L	1	与 DF1001-1、DF1001-9、DF1002-1、DF1008 共用	一致
DF1001-6								
15	R0102B	500L	1		500L	1		一致
16	R0101E	1000L	1		1000L	1		一致
17	C0101A	300L	1	DF1001 产品工艺共用	300L	1	DF1001 产品工艺共用	一致
DF1001-7								
18	R0102C	500L	1		500L	1		一致
19	R0109D	100L	1		100L	1		一致
DF1001-8								
20	R0102D	500L	1		500L	1		一致
DF1001-9								
21	R0101B	1000L	1		1000L	1		一致

序号	环评及批复要求				实际情况			审核结果
	设备名称	规格型号	数量	备注	规格型号	数量	备注	
22	C0101A	300L	1	DF1001 产品工艺共用	300L	1	DF1001 产品工艺共用	一致
23	S0101A	1000L	1	与 DF1001-1、DF1001-5、DF1002-1、DF1008 共用	1000L	1	与 DF1001-1、DF1001-5、DF1002-1、DF1008 共用	一致
DF1001-10								
24	R0101D	1000L	1	与 DF1002-6 共用	1000L	1	与 DF1002-6 共用	一致
25	R0102E	500L	1		500L	1		一致
26	C0101A	300L	1	DF1001 产品工艺共用	300L	1	DF1001 产品工艺共用	一致
27	S0101B	500L	1	与 DF1002-5、DF1003、DF1004、DF1005、DF1007 共用	500L	1	与 DF1002-5、DF1003、DF1004、DF1005、DF1007 共用	一致
DF1001								
28	R0102F	500L	1		500L	1		一致
29	R0104A	300L	1		300L	1		一致
30	R0105B	200L	1		200L	1		一致
31	反应釜	200L	1		200L	1		一致
二、多尼培南侧链 DF1002 生产设备								
DF1002-1								
1	R0106A	3000L	1		3000L	1		一致
2	R0102G	500L	1		500L	1		一致
3	L0102 B	1000L	1	与 DF1002、DF1003、DF1005 共用	1000L	1	与 DF1002、DF1003、DF1005 共用	一致
4	S0101A	1000L	1	与 DF1001-1、DF1001-5、DF1001-9、DF1008 共用	1000L	1	与 DF1001-1、DF1001-5、DF1001-9、DF1008 共用	一致
DF1002-2								
5	R0106B	3000L	1		3000L	1		一致
6	C0102A	300L	1	DF1003、DF1005、DF1006、DF1007、DF1008 共用	300L	1	DF1003、DF1005、DF1006、DF1007、DF1008 共用	一致

序号	环评及批复要求				实际情况			审核结果
	设备名称	规格型号	数量	备注	规格型号	数量	备注	
DF1002-3								
7	R0103G	2000L	1	与 DF1005、DF1006、DF1007 脱色釜共用	2000L	1	与 DF1005、DF1006、DF1007 脱色釜共用	一致
8	C0102 A	300L	1	DF1003、DF1005、DF1006、DF1007、DF1008 共用	300L	1	DF1003、DF1005、DF1006、DF1007、DF1008 共用	一致
DF1002-4								
9	R0106C	3000L	1		3000L	1		一致
10	R0101A	1000L	1	与 DF1001-1、DF1002-5 共用	1000L	1	与 DF1001-1、DF1002-5 共用	一致
11	R0103C	2000L	1		2000L	1		一致
12	C0102 A	300L	1	DF1003、DF1005、DF1006、DF1007、DF1008 共用	300L	1	DF1003、DF1005、DF1006、DF1007、DF1008 共用	一致
DF1002-5								
13	R0101A	1000L	1	与 DF1001-1、DF1002-4 共用	1000L	1	与 DF1001-1、DF1002-4 共用	一致
14	C0102 A	300L	1	DF1002 共用	300L	1	DF1002 共用	一致
15	S0101B	500L	1	与 DF1001-10、DF1003、DF1004、DF1005、DF1007 共用	500L	1	与 DF1001-10、DF1003、DF1004、DF1005、DF1007 共用	一致
DF1002-6								
16	R0101D	1000	1	与 DF1001-10 共用	1000	1	与 DF1001-10 共用	一致
17	R0101B	1000L	1	DF1001-2、DF1001-4 、DF1001-9 共用	1000L	1	DF1001-2、DF1001-4 、DF1001-9 共用	一致
18	C0102 A	300L	1	DF1003、DF1005、DF1006、DF1007、	300L	1	DF1003、DF1005、DF1006、DF1007、DF1008 共用	一致

序号	环评及批复要求				实际情况			审核结果
	设备名称	规格型号	数量	备注	规格型号	数量	备注	
				DF1008 共用				
DF1002								
19	R0103E	1000L	1	DF1001-2、 DF1001-4、 DF1001-5、 DF1003 共用	1000L	1	DF1001-2、 DF1001-4、 DF1001-5、 DF1003 共用	一致
20	L0102 B	1000L	1	与 DF1002-1、 DF1003、 DF1005 共用	1000L	1	与 DF1002-1、 DF1003、DF1005 共用	一致
三、厄他培南侧链 DF1003 生产设备								
1	R0103D	2000L	1	与 DF1001-2、 DF1001-4 和 DF1003 共用	2000L	1	与 DF1001-2、 DF1001-4 和 DF1003 共用	一致
2	R0103E	2000L	1	与 DF1001-2、 DF1001-4、 DF1001-5、 DF1002 共用	2000L	1	与 DF1001-2、 DF1001-4、 DF1001-5、 DF1002 共用	一致
3	C0102 A	300L	1	DF1002、 DF1005、 DF1006、 DF1007、 DF1008 共用	300L	1	DF1002、DF1005、 DF1006、DF1007、 DF1008 共用	一致
4	L0102 B	1000L	1	与 DF1002-1、 DF1002、 DF1005 共用	1000L	1	与 DF1002-1、 DF1002、DF1005 共用	一致
5	S0101B	500L	1	与 DF1001-10、 DF1002-5、 DF1004、 DF1005、 DF1007 共用	500L	1	与 DF1001-10、 DF1002-5、 DF1004、DF1005、 DF1007 共用	一致
四、泰比培南侧链 DF1004 生产设备								
1	R0102H	500L	1		500L	1		一致
2	L0101C	800L	1		800L	1		一致
3	S0101B	500L	1	与 DF1001-10、 DF1002-5、 DF1003、 DF1005、 DF1007 共用	500L	1	与 DF1001-10、 DF1002-5、 DF1003、DF1005、 DF1007 共用	一致
五、利奈唑胺中间体 DF1005 生产设备								
1	R0103F	2000L	1	与 DF1001-5、	2000L	1	与 DF1001-5、	一致

序号	环评及批复要求				实际情况			审核结果
	设备名称	规格型号	数量	备注	规格型号	数量	备注	
				DF1006、DF1007 脱色釜共用			DF1006、DF1007 脱色釜共用	
2	R0103G	2000L	1	与 DF1002-3、DF1006、DF1007 析晶釜共用	2000L	1	与 DF1002-3、DF1006、DF1007 析晶釜共用	一致
3	C0102 A	300L	1	DF1002、DF1003、DF1006、DF1007、DF1008 共用	300L	1	DF1002、DF1003、DF1006、DF1007、DF1008 共用	一致
4	L0102 B	1000L	1	与 DF1002-1、DF1002、DF1003 共用	1000L	1	与 DF1002-1、DF1002、DF1003 共用	一致
5	S0101B	500L	1	与 DF1001-10、DF1002-5、DF1003、DF1004、DF1007 共用	500L	1	与 DF1001-10、DF1002-5、DF1003、DF1004、DF1007 共用	一致

六、托法替尼中间体 DF1006 生产设备

1	R0103F	2000L	1	与 DF1001-5、DF1005、DF1007 脱色釜共用	2000L	1	与 DF1001-5、DF1005、DF1007 脱色釜共用	一致
2	R0103G	2000L	1	与 DF1002-3、DF1005、DF1007 析晶釜共用	2000L	1	与 DF1002-3、DF1005、DF1007 析晶釜共用	一致
3	C0102 A	300L	1	DF1002、DF1003、DF1005、DF1007、DF1008 共用	300L	1	DF1002、DF1003、DF1005、DF1007、DF1008 共用	一致
4	L0101 B	1000L	1	与 DF1001-5、DF1007 共用	1000L	1	与 DF1001-5、DF1007 共用	一致
5	真空盘式烘箱	PMH-90 70A	1		PMH-907 0A	1		一致

七、伊鲁替尼中间体 DF1007 生产设备

1	R0103F	2000L	1	与 DF1001-5、	2000L	1	与 DF1001-5、	一致
---	--------	-------	---	-------------	-------	---	-------------	----

序号	环评及批复要求				实际情况			审核结果
	设备名称	规格型号	数量	备注	规格型号	数量	备注	
				DF1005、 DF1006 脱色釜 共用			DF1005、DF1006 脱色釜共用	
2	R0103G	2000L	1	与 DF1002-3、 DF1005、 DF1006 析晶釜 共用	2000L	1	与 DF1002-3、 DF1005、DF1006 析晶釜共用	一致
3	C0102 A	300L	1	DF1002、 DF1003、 DF1005、 DF1006、 DF1008 共用	300L	1	DF1002、DF1003、 DF1005、DF1006、 DF1008 共用	一致
4	L0101 B	1000L	1	与 DF1001-5、 DF1006 共用	1000L	1	与 DF1001-5、 DF1006 共用	一致
5	S0101B	500L	1	与 DF1001-10、 DF1002-5、 DF1003、 DF1004、 DF1005 共用	500L	1	与 DF1001-10、 DF1002-5、 DF1003、DF1004、 DF1005 共用	一致
6	粉碎机		1					一致

八、五氯苯腈生产设备

1	R0107A	5000L	1		5000L	1		一致
2	R0103H	2000L	1		2000L	1		一致
3	C0102 A	300L	1	DF1002、 DF1003、 DF1005、 DF1006、 DF1007 共用	300L	1	DF1002、DF1003、 DF1005、DF1006、 DF1007 共用	一致
4	L0102A	1200L	1		1200L	1		一致
5	S0101A	1000L	1	与 DF1001-1、 DF1001-5、 DF1001-9 共用	1000L	1	与 DF1001-1、 DF1001-5、 DF1001-9 共用	一致

公用设备

1	水环真 空泵		6			6		一致
2	罗茨真 空泵		2			2		一致
3	冷冻机 组		1			1		一致
4	制冰机		1			1		一致

序号	环评及批复要求				实际情况			审核结果
	设备名称	规格型号	数量	备注	规格型号	数量	备注	
5	热循环鼓风烘箱	6900 m ³ /h 2300*2200*2000 mm	3		6900 m ³ /h 2300*2200*2000 mm	3		一致
6	真空盘式烘箱	PMH-9070A	3		PMH-9070A	3		一致
7	螺杆压缩机	LGD18.5/DD5D	1		LGD18.5/DD5D	1		一致

注：设备编号首位代码：R-反应釜；L-离心过滤机；S-双锥干燥器；C-抽滤罐

3.3 原辅材料

表 3.2-3 验收项目主要原辅材料一览表

序号	原料名称	环评中涉及原材料年消耗 t/a	实际验收原材料	备注
1	水合肼	5	一致	--
2	甲酸乙酯	7.8	一致	--
3	丙酮	15.22	一致	--
4	3-溴丙烯	14.3	一致	--
5	乙酸乙酯	97.78	一致	--
6	碳酸钾	43.12	一致	--
7	甲酸	23.4	一致	--
8	氢氧化钠	4.32	一致	--
9	二氯甲烷	8.48	一致	--
10	溴	13	一致	--
11	硫代乙酸钾	4.65	一致	--
12	甲醇	94.1	一致	--
13	氢氧化钾	3.85	一致	--
14	氧气	0.27	一致	--
15	盐酸	21.46	一致	--
16	乙氧基甲亚胺盐	13.67	一致	--
17	碳酸氢钠	14.68	一致	--
18	三苯基膦	4.08	一致	--
19	二氧六环	16.32	一致	--
20	乙醇	16.76	一致	--
21	L-羟基脯氨酸	0.8	一致	--
22	对硝基氯甲酸苄酯 (PNZ-Cl)	1.41	一致	--
23	浓硫酸	0.41	一致	--
24	氯化钠	7	一致	--
25	无水硫酸钠	1.4	一致	--
26	甲磺酰氯	0.5	一致	--

27	硼氢化钠	0.61	一致	--
28	二甲基亚砩	2.41	一致	--
29	叔丁醇	0.28	一致	--
30	氯磺酰异氰酸酯	0.56	一致	--
31	氨水	1.46	一致	--
32	甲苯	7.56	一致	--
33	厄他培南侧链粗品	0.7	一致	--
34	活性炭	0.56	一致	--
35	硫代乙酸-S[1-(4,5-二氢 2-噻唑-2-基)-氮杂环丁烷-3-基]酯	1.5	一致	--
36	利奈唑胺中间体粗品	0.8	一致	--
37	托法替尼中间体粗品	0.72	一致	--
38	伊鲁替尼中间体粗品	0.72	一致	--
39	苯腈	2.3	一致	--
40	氯气	9.2	一致	--
41	二氯乙烷	4.38	一致	--

3.4 水源及水平衡

供水：本项目新鲜用水由沧州临港兴化供水有限公司提供，园区内敷设有市政给水管网，可以满足项目的用水需求。

该项目主要用水环节是生活用水、生产用水、循环水、废气吸收系统补水、工艺用水、化验用水、洗釜用水、地面冲洗水和水环真空泵用水，本项目总用水量为 989.05m³/d，其中新鲜水用量为 18.99m³/d，重复用水量为 970.00m³/d（循环水系统用水 960.00m³/d，串级水量为 10 m³/d），工业水重复利用率为 98.1%。

排水：项目厂区排水采用清污分流、雨污分流制。项目废水包括生产废水和生活污水，生产废水包括工艺废水、洗釜废水、化验废水、废气吸收系统排水、地面冲洗废水和水环真空泵排水。本项目外排水总量为 13.89 m³/d，其中：

工艺废水：总排放量为 0.4184 m³/d。工艺废水又分为高盐废水和高浓度有机废水。其中：

高盐废水：总排放量为 0.2264 m³/d。经三效蒸发系统蒸发处理后，冷凝液排至厂区污水处理站处理。

高浓度有机废水：总排放量为 0.192 m³/d，经三效蒸发系统蒸发处理后，冷凝液排至厂区污水处理站处理。

洗釜废水：总排放量为 2.13 m³/d，经三效蒸发系统蒸发处理后，冷凝液排至厂区污水处理站处理。

化验废水：总排放量为 0.8m³/d，经三效蒸发系统蒸发处理后，冷凝液排至厂区污水处理站处理。

循环水排水：总排放量为 10m³/d，用于地面冲洗和废气吸收系统补水。

废气吸收系统排水：总排放量为 3.0 m³/d，排至厂区污水处理站处理。

地面冲洗废水：总排放量为 6.74m³/d，排至厂区污水处理站处理。

水环真空泵排水：总排放量为 0.14m³/d，经三效蒸发系统蒸发处理后，排至厂区污水处理站处理。

生活污水：总排放量 0.88 m³/d，经化粪池处理后排至污水处理站处理。

初期雨水与雨水排水系统采用水位报警人工切换的清污分流措施。初期雨水经初期雨水池收集后，分批排入厂区污水处理站处理达标后，排入园区污水处理厂进一步处理。厂区设污水处理站 1 座，设计废水处理能力为 25m³/d，废水采用“车间蒸发预处理+微电解+氧化+絮凝沉淀+厌氧+A/O 生物处理+MBR”的污水处理工艺。

项目水平衡见下图。

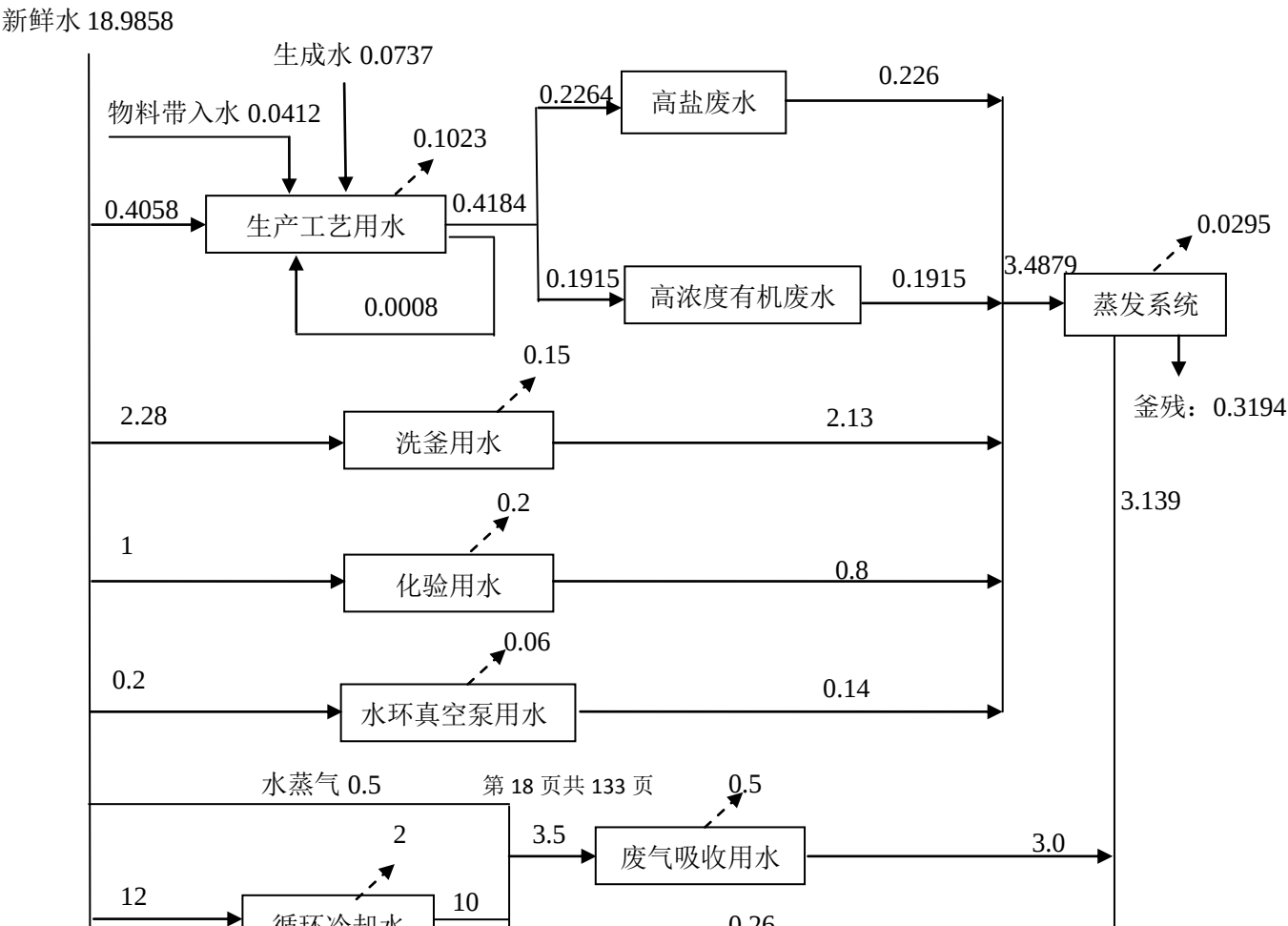


图 3.4-1 项目水平衡图 单位 m^3/a

3.5 工艺流程

沧州达峰化学有限公司共生产 8 种主要产品，为比阿培南侧链、多尼培南侧链、厄他培南侧链、泰比培南侧链、利奈唑胺中间体、托法替尼中间体、伊鲁替尼中间体、五氯苯腈。无储存经营 2 种产品，为三氯化硼、环氧乙烷。

3.5.1 比阿培南侧链工程分析

本工艺以水合肼、甲酸乙酯、丙酮为起始原料，经过缩合、取代、合成、加成、消除、氧化、酸化、成环、氧化还原等反应生成目标物，中间产品有 N-异丙叉基-N'-甲酰基肼（以下简称 DF1001-1）、甲酸 N-烯丙基-N'-异丙叉基肼（以下简称 DF1001-2）、N，N'-甲酸-N-烯丙基肼（以下简称 DF1001-3）、N，N'-甲酸-N-(2,3-二溴丙基)肼（以下简称 DF1001-4）、4-溴吡唑-1,2-二甲酰基肼（以下简称 DF1001-5）、4-(1,2-二甲酰基吡唑)硫代乙酸酯（以下简称 DF1001-6）、4-巯基吡唑烷-1-甲醛（以下简称 DF1001-7）、双（4-巯基吡唑烷-1-甲醛）（以下简称 DF1001-8）、双-4-巯基吡唑烷盐酸盐（以下简称 DF1001-9）、双-（6,7-二氢-6-巯基-5H-吡唑并【1,2-a】【1,2,4】三氮唑氯化物）（以下简称 DF1001-10），共 10 种。

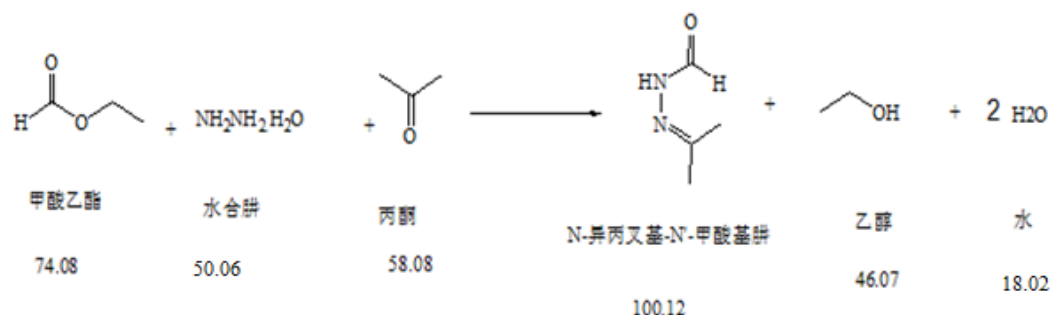
3.5.1.1DF1001-1 生产工艺

工艺描述:

(1) **加料:** 在 1000L 反应釜中, 微负压状态下, 真空泵入 200kg 80%水合肼, 产生加料废气(G1-1 水合肼)。搅拌冷却至 20℃, 控制温度在 20℃~25℃之间。然后由高位槽滴加事先真空泵入的甲酸乙酯 312kg, 产生高位槽加料废气(G1-2 甲酸乙酯)。滴加完毕后于 20~25℃保温搅拌 3h, 控制温度<50℃。真空泵入 310kg 丙酮, 产生加料废气(G1-1 丙酮)。

(2) **缩合反应:** 物料搅拌, 缓慢加热回流, 缩合反应约 12 小时, 产生反应挥发废气(G1-3 甲酸乙酯、丙酮、乙醇)。

水合肼与甲酸乙酯、丙酮反应生成 DF1001-1、乙醇和水。甲酸乙酯和丙酮过量。



(3) **减压蒸馏:** 反应停止后, 控制温度在<55℃/-0.097Mpa 条件下减压蒸馏出全部甲酸乙酯和丙酮, 大部分乙醇和少量的水。抽真空废气经一级冷凝后, 产生不凝气(G1-4 甲酸乙酯、丙酮、乙醇), 蒸馏冷凝液(S1-1 甲酸乙酯、丙酮、乙醇、水)收集后由有资质单位处理, 釜底液 (DF1001-1 、乙醇、水) 进入下道工序。

(4) **析晶:** 真空抽料的方式加入丙酮 190kg, 产生加料废气(G1-5 丙酮、乙醇), 加热至 60℃后溶清, 循环水冷却至 20℃搅拌析晶 2h, 再冰盐水冷却至-5℃搅拌析晶 3h, 析出 DF1001-1。析晶过程产生挥发废气(G1-6 丙酮、乙醇)。

(5) **过滤洗涤:** 析晶后的混合液 (DF1001-1 、乙醇、水、丙酮) 泵入离心机离心过滤, 滤出析出的 DF1001-1, 滤饼加入 100kg 丙酮洗涤, 产生过滤洗涤废气(G1-7)。过滤出的洗涤液(S1-2 丙酮、乙醇、 DF1001-1、水)在危废库暂存后由有资质单位处置。

(6) **干燥:** 洗涤后的滤饼 (DF1001-1、丙酮、乙醇、水) 在 55℃/-0.097Mpa

条件下在双锥干燥器中进行真空干燥，得目标物 DF1001-1 290kg。抽真空废气经一级冷凝后产生不凝气(G1-9 丙酮、乙醇)，冷凝液(S1-3 丙酮、乙醇)收集后有资质单位处理。

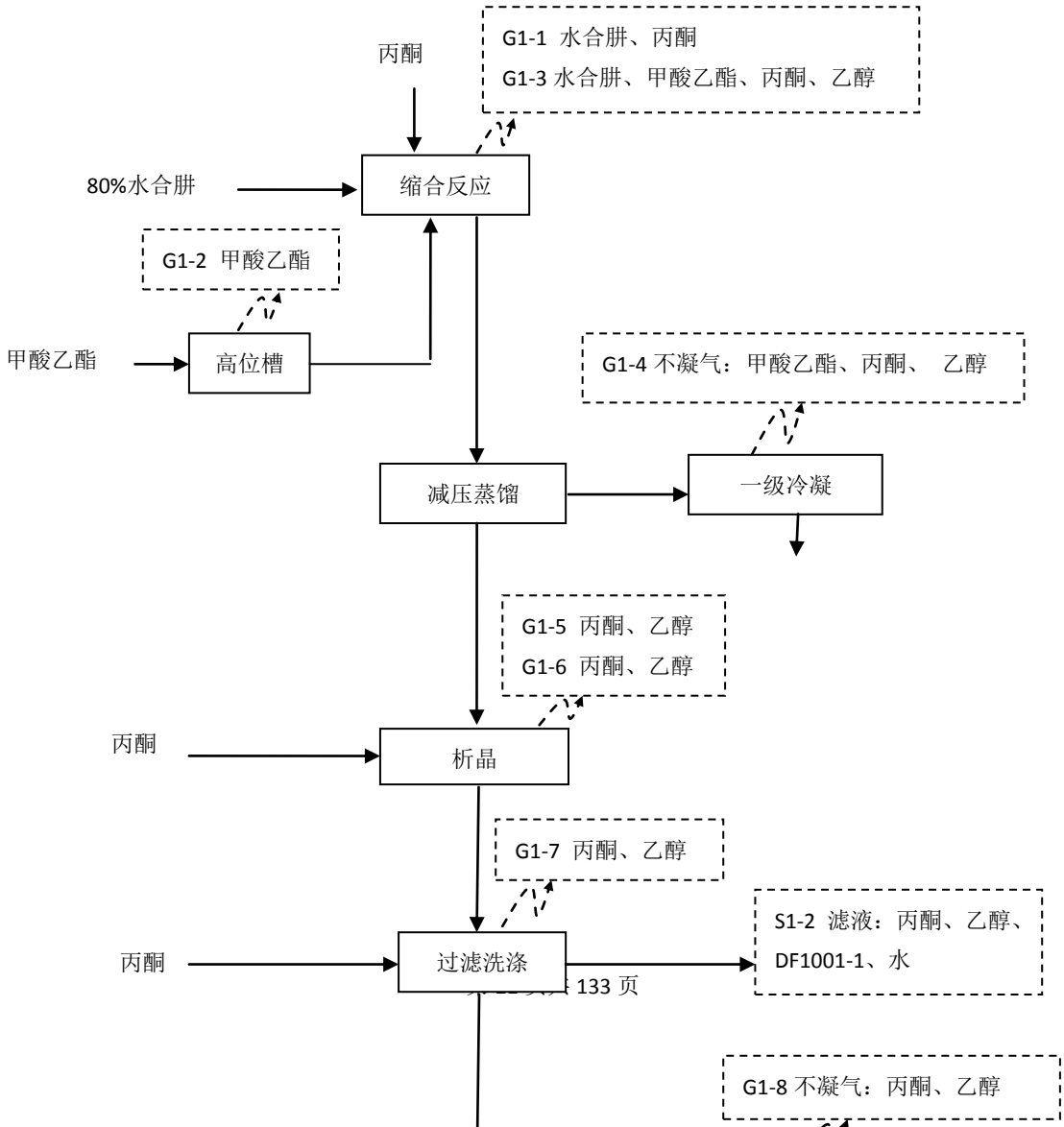


图 3.5.1-1 DF1001-1 生产工艺流程图

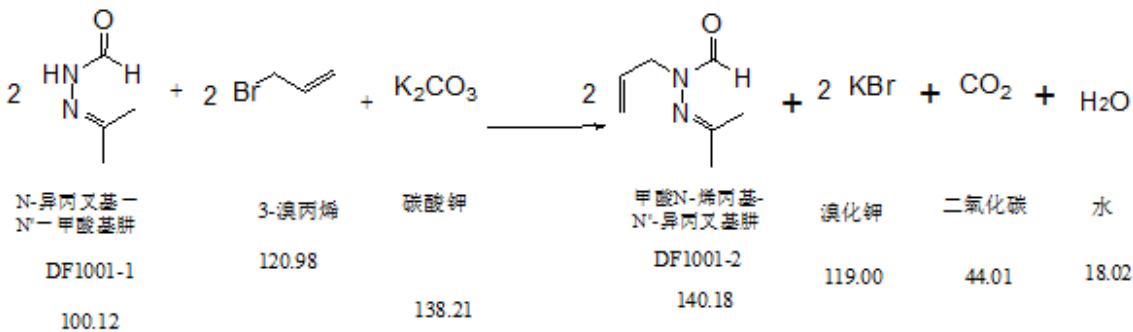
3.5.1.2 DF1001-2 生产工艺

工艺描述:

(1)加料: 真空泵入 400kg 乙酸乙酯和 220kg 3-溴丙烯, 产生加料废气(G1-9 乙酸乙酯、3-溴丙烯), 人工将 110kg DF1001-1 和 220kg 碳酸钾投入 1000L 反应釜中, 产生加料废气(G1-10 粉尘), 搅拌均匀。

(2) 取代反应 1: 蒸汽加热至 60℃保温搅拌 2h, 完成取代反应 1 后冷却水冷却至 25℃, 产生反应挥发废气(G1-1 乙酸乙酯、3-溴丙烯、CO₂)。

DF1001-1、3-溴丙烯和碳酸钾反应生成 DF1001-2、溴化钾、CO₂ 和水, 3-溴丙烯和碳酸钾过量。



(3) 过滤洗涤: 反应釜内物料真空泵入抽滤罐, 微负压状态下抽滤, 产生过滤废气(G1-12 乙酸乙酯、3-溴丙烯), 抽滤后的滤饼(S1-4 碳酸钾、溴化钾、水、DF1001-2、乙酸乙酯)用乙酸乙酯洗涤过滤三次, 每次 66kg。过滤洗涤后的滤饼,

危废库暂存后由有资质单位处置，滤液(DF1001-2、乙酸乙酯、3-溴丙烯、水)进入下一道工序。过滤洗涤过程产生过滤洗涤有机废气(G1-13 乙酸乙酯、3-溴丙烯)。

(4) 浓缩：滤液和滤饼洗涤液进入 1000L 蒸馏釜中，控制温度 <80℃/-0.097Mpa 减压浓缩至干，抽真空废气经一级冷凝后产生不凝气(G1-14 乙酸乙酯、3-溴丙烯、水)，冷凝液(S1-5 乙酸乙酯、3-溴丙烯、水)收集在危废库暂存后由有资质单位处置。釜底得油状物 DF1001-2 140kg，直接进入下步反应。

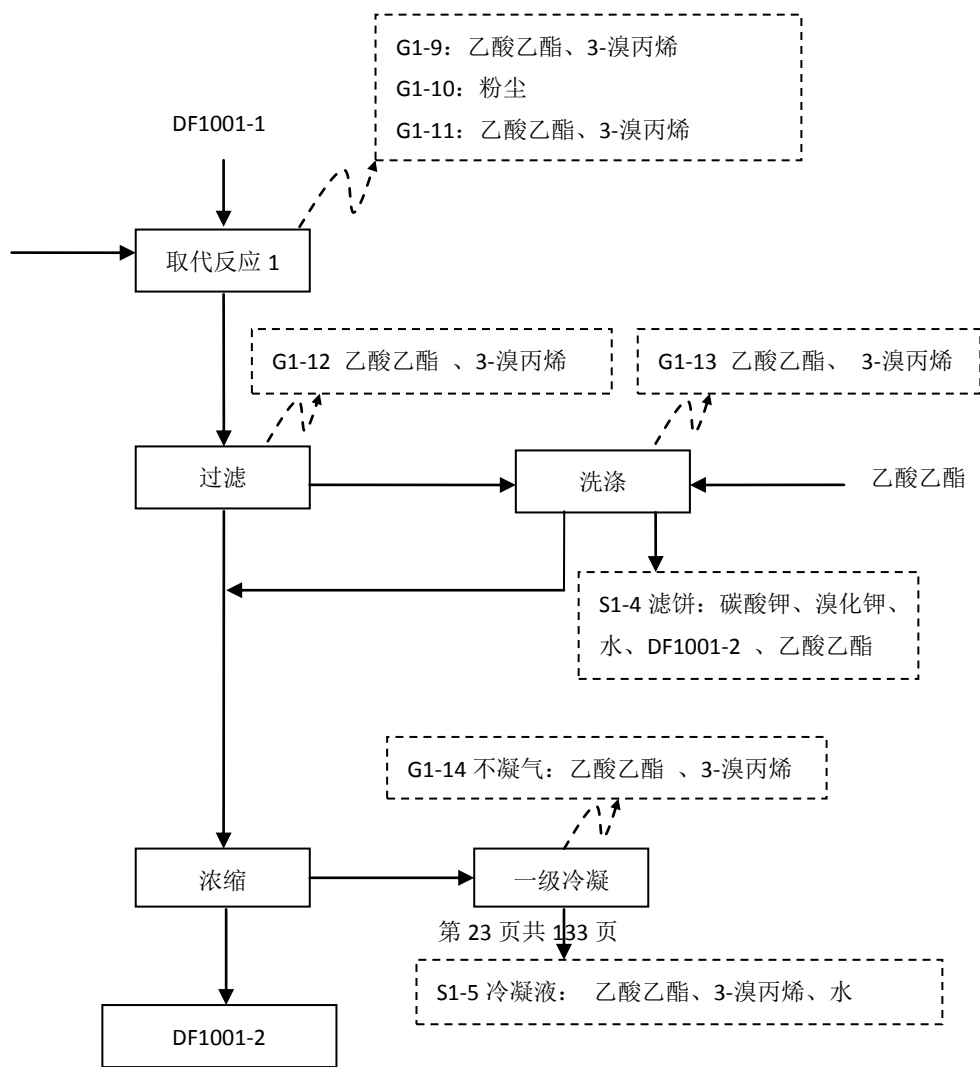


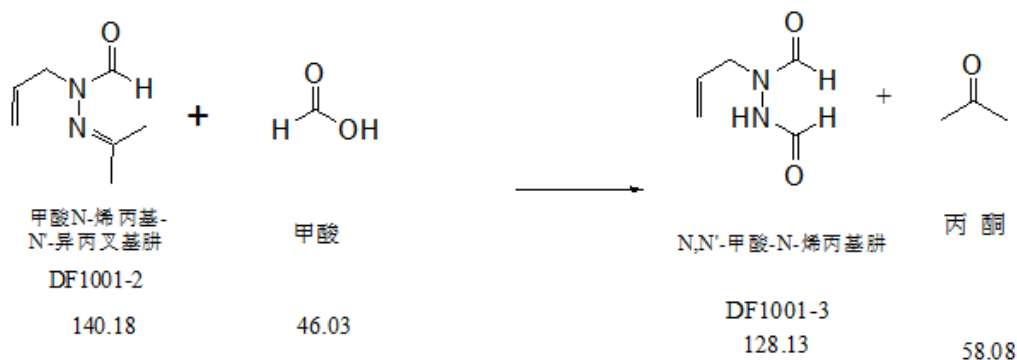
图 3.5.1-2 DF1001-2 生产工艺流程图

3.5.1.3 DF1001-3 生产工艺

工艺描述:

(1) **加料:** 向上步反应物中, 真空抽入甲酸 360kg, 产生加料废气(G1-15 甲酸), 搅拌均匀后, 用泵转移至 500L 反应釜中, 产生倒罐废气(G1-16 甲酸)。

(2) **取代反应 2:** 蒸汽升温至 80℃并保温搅拌 5h, 完毕, 产生反应挥发废气(G1-17 甲酸、丙酮)。DF1001-2 和甲酸反应生成 DF1001-3 和丙酮, 甲酸过量。



(3) **浓缩:** 控制温度<80℃/-0.097Mpa 减压浓缩至干, 蒸出全部甲酸, 产生不凝气(G1-18 甲酸、丙酮), 得棕色油状物 DF1001-3 约 127.97kg, 直接进行下步反应。蒸出冷凝液(S1-6 甲酸、丙酮)收集在危废库暂存后由有资质单位处置。

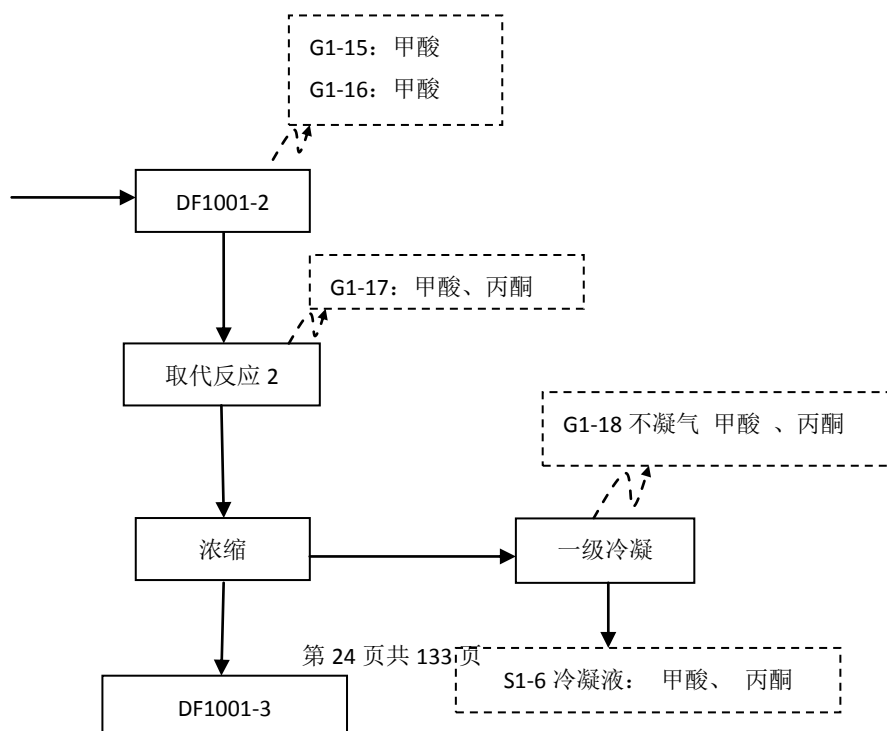


图 3.5.1-3 DF1001-3 生产工艺流程图

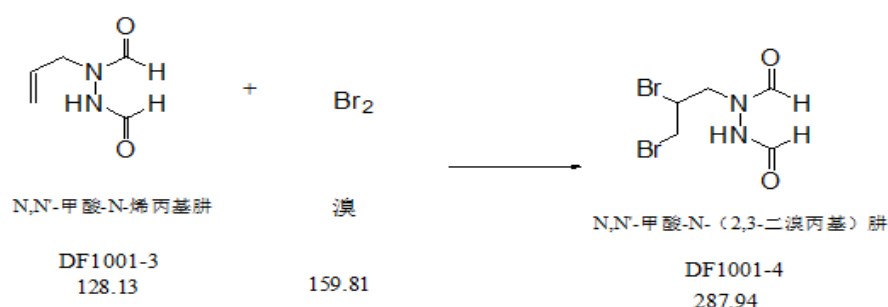
3.5.1.4 DF1001-4 生产工艺

工艺描述:

(1)加料: 向上步反应物中, 真空泵入二氯甲烷 500kg, 产生加料废气(G1-19 二氯甲烷), 搅拌均匀后, 真空泵入 1000L 反应釜中, 产生倒罐废气(G1-20 二氯甲烷)。向高位槽中真空泵入 200kg 溴, 待用, 产生加料废气(G1-21 溴)。

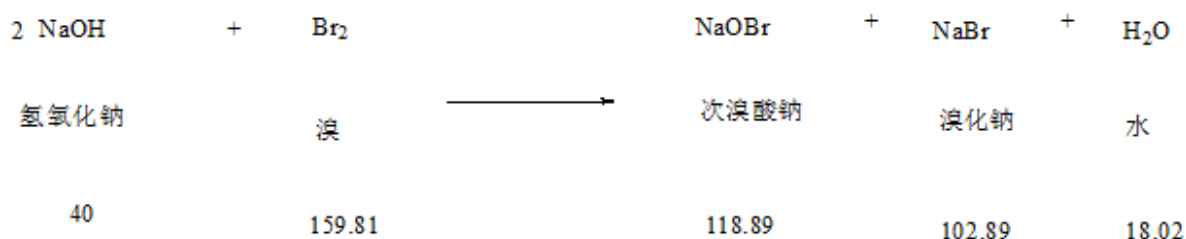
(2) 合成反应: 控制反应液温度 $<35^{\circ}\text{C}$, 滴加高位槽中的溴素 200kg 完毕, 在 $30\sim 35^{\circ}\text{C}$ 之间保温搅拌 30min, 产生反应废气(G1-22 二氯甲烷、溴)。

DF1001-3 与溴反应生成 DF1001-4, 溴过量。



(3) 配制: 1000L 配制釜中人工加入 58.3 kg 氢氧化钠和 524.7kg 水, 搅拌均匀配制成 10% 氢氧化钠溶液, 待用, 产生加料废气(G1-23 粉尘)。

(4) 中和反应: 真空抽入 583kg 配制好的 10% 氢氧化钠溶液进入反应釜中, 用来中和过量的溴, 产生加料废气(G1-24 二氯甲烷、溴), 反应过程中控制温度 $<35^{\circ}\text{C}$ 下, 反应完毕搅拌 30min, 产生反应废气(G1-25 二氯甲烷、溴)。



(5) 分层: 在反应釜内静置分层, 产生挥发废气 (G1-26 二氯甲烷)。分出上层的水层 (水、次溴酸钠、溴化钠、氢氧化钠、二氯甲烷、DF1001-4) 进

入萃取工序，下层的有机层（DF1001-4、二氯甲烷）送入 1000L 萃取釜中，直接进行下一步。

（6）**萃取：**分出的水层用 100kg 二氯甲烷萃取，产生挥发废气(G1-27 二氯甲烷)。萃取出的有机层（DF1001-4、二氯甲烷）也送入 1000L 萃取釜中与上一步分出的有机层合并，进入下一步反应，剩余的水层(W1-1 水、次溴酸钠、溴化钠、氢氧化钠、二氯甲烷、DF1001-4)通过管道泵入厂内污水处理站。

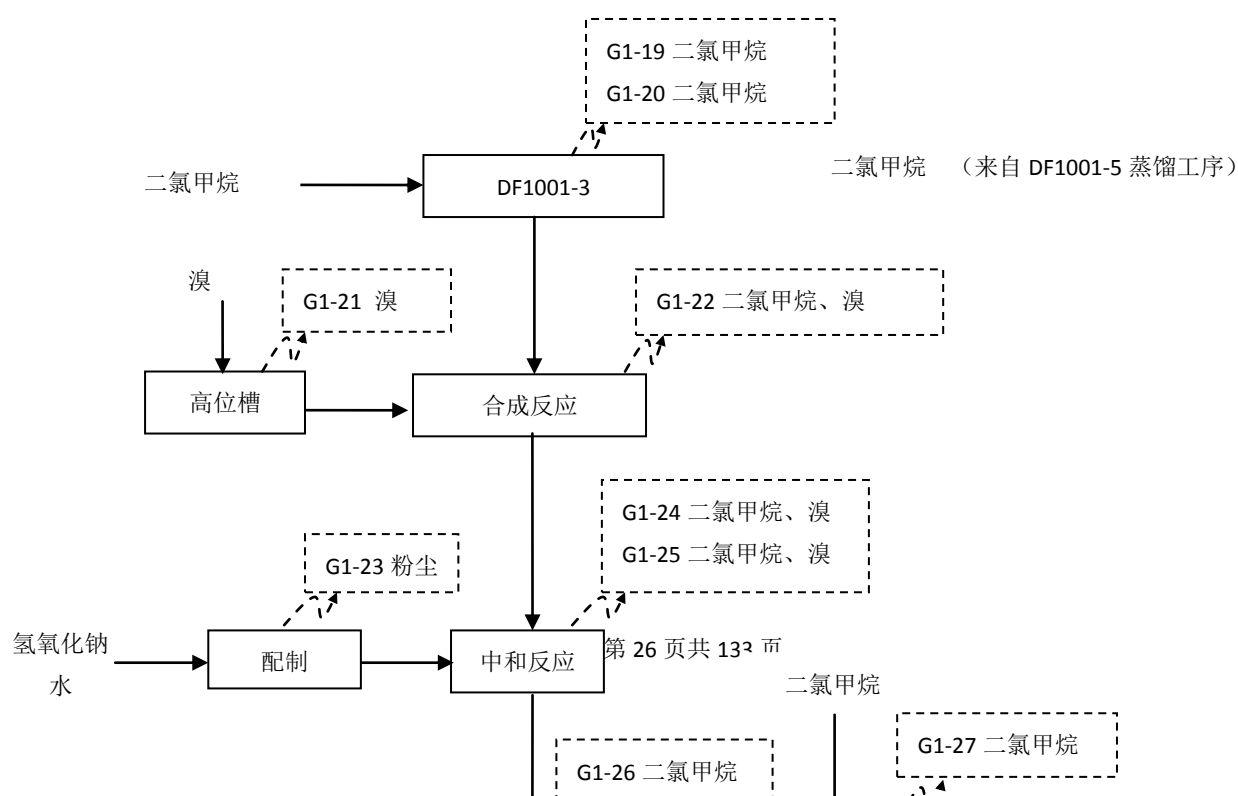


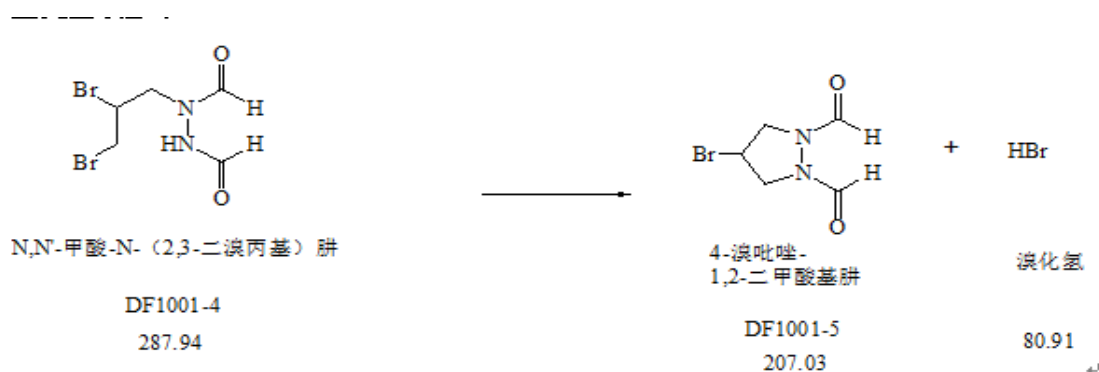
图 3.5.1-4 DF1001-4 生产工艺流程图

3.5.1.5 DF1001-5 生产工艺

工艺描述:

(1)加料:向含有上步产物的 1000L 反应釜中人工加入 200kg 固体碳酸钾,产生加料废气(G1-28 粉尘、二氯甲烷)。

(2) 加成反应:加热至 40℃保温反应 6h, DF1001-4 在碱性环境下分解生成 DF1001-5 和 HBr, HBr 与碳酸钾反应溴化钾、CO₂ 和水, 碳酸钾过量, 并吸收反应生成水。产生反应废气(G1-29 二氯甲烷、CO₂、HBr)。反应完毕后, 循环水冷却反应液至 25~30℃。



副反应方程式:



(3) **过滤洗涤**: 反应后的物料泵入抽滤罐, 在微负压状态下过滤出的滤液(二氯甲烷、DF1001-5)进入下一部工序, 产生过滤废气(G1-30 二氯甲烷)。滤饼用二氯甲烷洗涤过滤 3 次, 每次 100kg。洗涤液(二氯甲烷、DF1001-5)也进入下一部工序, 滤饼(S1-7 二氯甲烷、碳酸钾、溴化钾、水)在危废库暂存后由有资质单位处置, 过滤洗涤过程产生挥发废气(G1-31 二氯甲烷)。

(4) **蒸馏**: 滤液及洗涤液合并(二氯甲烷、DF1001-5), 通过管道泵至 2000L 蒸馏釜中, 常压蒸馏回收二氯甲烷, 至釜内温度达 60℃时停止, 产生不凝气(G1-32 二氯甲烷), 冷凝液(二氯甲烷)回用。

(5) **析晶**: 向釜内残余物中加入乙酸乙酯 120kg, 产生加料废气(G1-33 二氯甲烷、乙酸乙酯)。加热至 60℃溶清后, 冰水冷却并搅拌析晶 5h。析出晶体(DF1001-5), 过程中产生挥发废气(G1-34 二氯甲烷、乙酸乙酯)。

(6) **离心过滤**: 离心机甩干, 得到湿品(DF1001-5、二氯甲烷、乙酸乙酯)。产生挥发废气(G1-35 二氯甲烷、乙酸乙酯), 离心母液(S1-8 乙酸乙酯、二氯甲烷、DF1001-5)在危废库暂存后由有资质单位处置。

(7) **干燥**: 湿品—0.095Mpa/50℃条件下在双锥干燥器中干燥, 得固体物 83kg。经冷凝后产生不凝气(G1-36 二氯甲烷、乙酸乙酯、粉尘), 冷凝液(S1-8 乙酸乙酯、二氯甲烷)在危废库暂存后由有资质单位处置。

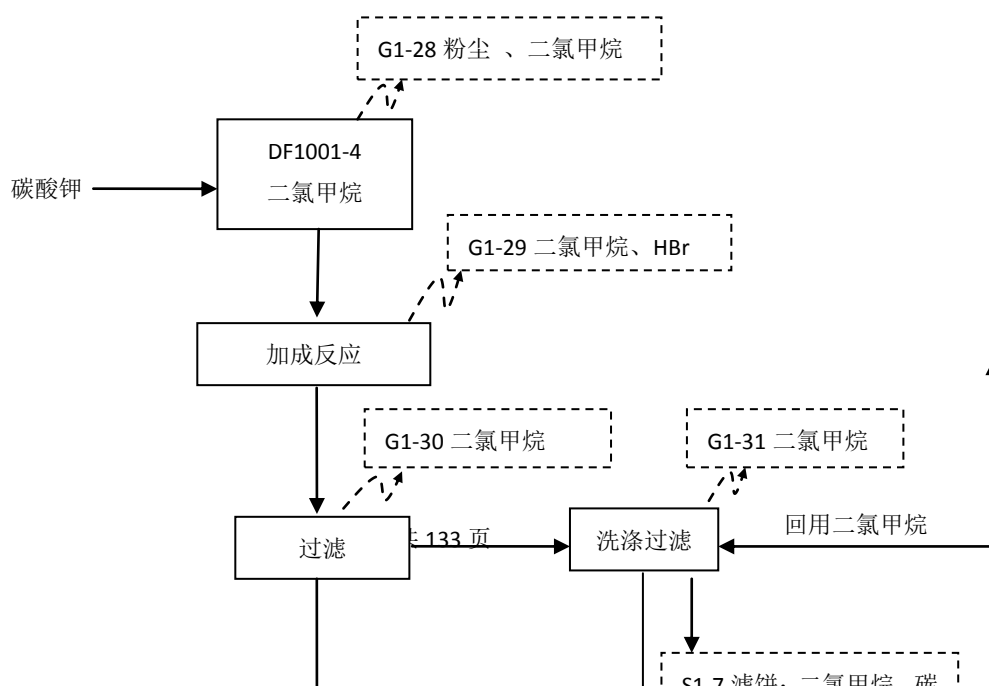


图 3.5.1-5 DF1001-5 生产工艺流程图

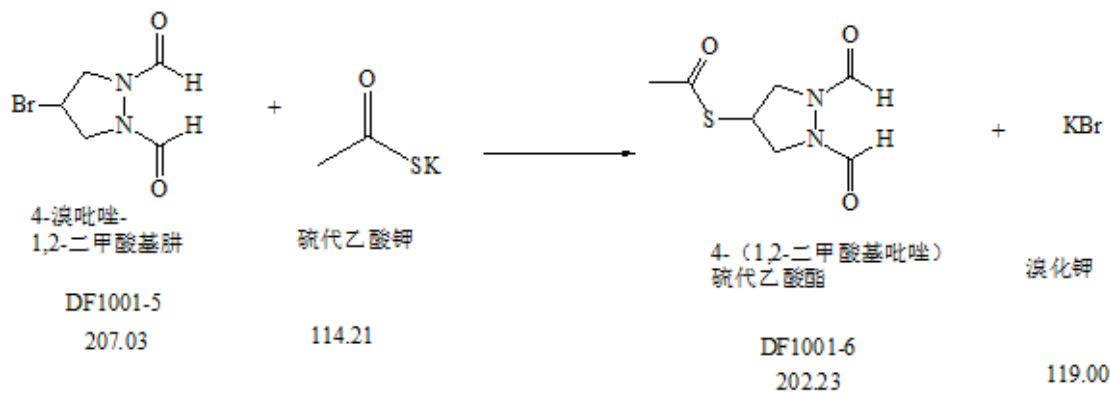
3.5.1.6 DF1001-6 生产工艺

工艺描述:

(1)加料: 500L 反应釜中人工加入 DF1001-5 50kg、固体硫代乙酸钾 43kg, 产生加料废气 (G1-37 粉尘)。真空泵入乙酸乙酯 260kg、产生加料废气 (G1-38 乙酸乙酯)

(2) 取代反应 3: 搅拌下升温至 60℃反应 4h, DF1001-5 与硫代乙酸钾反应, 生成 DF1001-6 和溴化钾, 硫代乙酸钾过量。产生反应废气 (G1-39 乙酸乙

酯)。



- (3) **抽滤:** 反应液用循环水冷却至 35℃，微负压状态下使用抽滤罐抽滤，产生挥发废气 (G1-40 乙酸乙酯)，滤液 (DF1001-6、乙酸乙酯) 进入蒸馏工序。
- (4) **洗涤过滤:** 滤饼用乙酸乙酯洗涤过滤 3 次，每次 50kg，洗涤液 (DF1001-6、乙酸乙酯) 也进入蒸馏工序。洗涤过滤后的滤饼 (S1-9 溴化钾、硫代乙酸钾、乙酸乙酯) 危废库暂存后由有资质单位处理，洗涤过滤过程中产生洗涤过滤废气 (G1-41 乙酸乙酯)。
- (5) **蒸馏:** 合并滤液和洗涤液，转移至 1000L 蒸馏釜中，控制温度 60℃ /-0.097Mpa 减压蒸馏至干，得油状物 (DF1001-6) 约 48.8 kg。产生不凝气 (G1-42 乙酸乙酯)，冷凝液乙酸乙酯回用。
- (6) **溶清:** 蒸馏釜中加入甲醇 200kg 溶清后直接下步反应，产生加料废气 (G1-43 甲醇) 和溶清挥发废气 (G1-44 甲醇)。

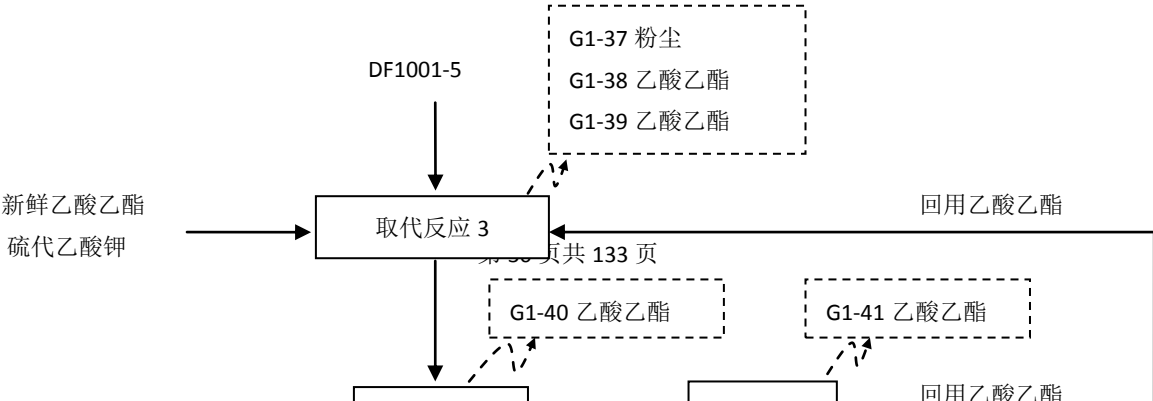


图 3.5.1-6 DF1001-6 生产工艺流程图

3.5.1.7 DF1001-7 生产工艺

工艺描述:

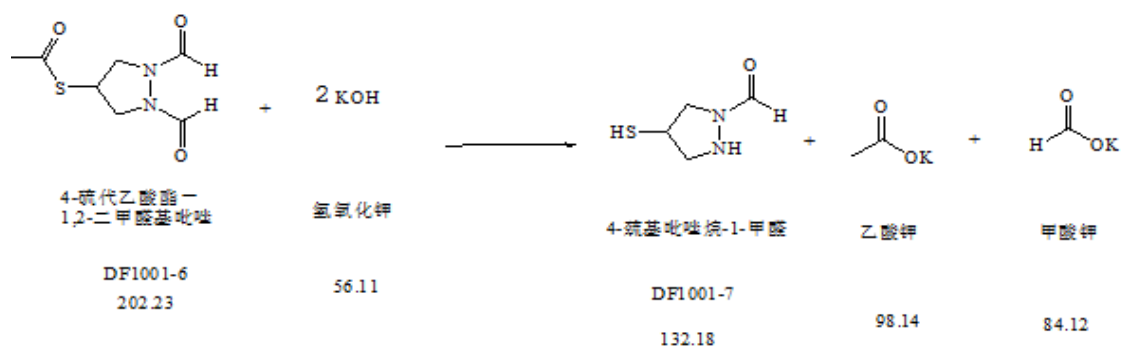
(1) 配制: 将 40kg 氢氧化钾人工加入高位槽内, 再真空泵入下一步回用的 85kg 甲醇, 搅拌均匀配制成混合溶液。产生加料废气 (G1-45 粉尘) 和 (G1-46 甲醇)

(2) 加料: 将上一步溶清液 (DF1001-6、甲醇) 通过管道转移到 500L 反应釜中, 产生倒罐废气 (G1-47 甲醇) 搅拌加热至温度 30~35℃, 从高位槽滴加预先配制的【氢氧化钾+甲醇】溶液。

(3) 消除反应: 滴加完毕后于 30℃ 保温搅拌 2h。

主反应: 47.81kgDF1001-6 与氢氧化钾反应生成 DF1001-7、乙酸钾和甲酸钾, 氢氧化钾过量。产生反应废气 (G1-48 甲醇)。

主反应方程式：



副反应：0.98kgDF1001-6 与氢氧化钾反应生成 4-巯基吡唑烷、乙酸钾和甲酸钾，氢氧化钾过量。产生反应废气（G1-48 甲醇）。

副反应方程式：

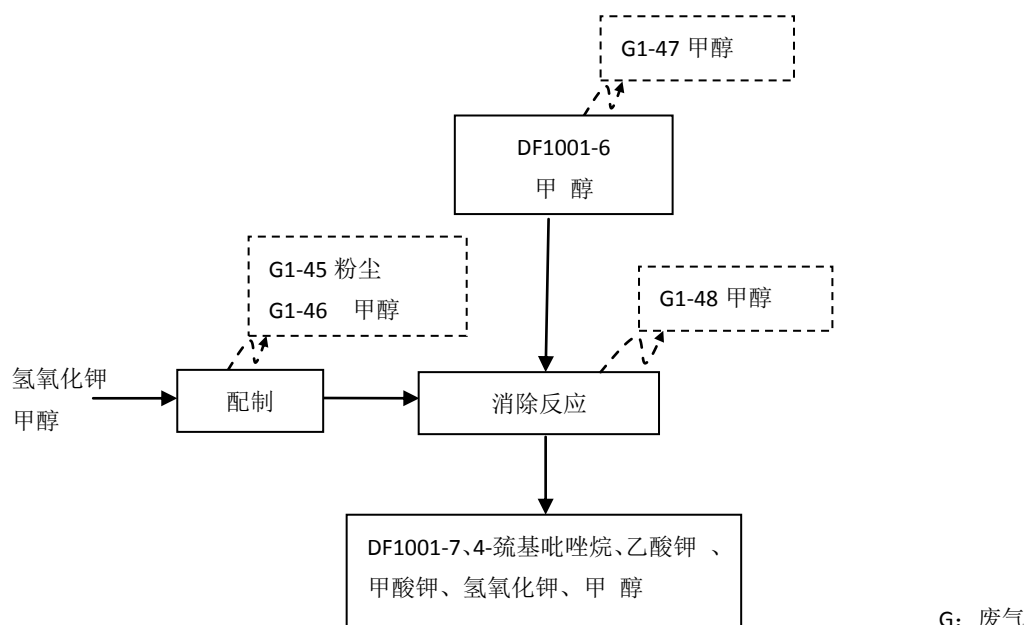
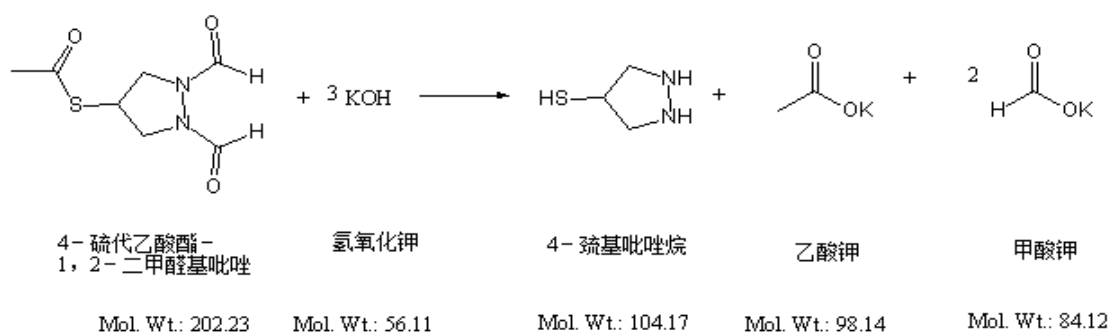
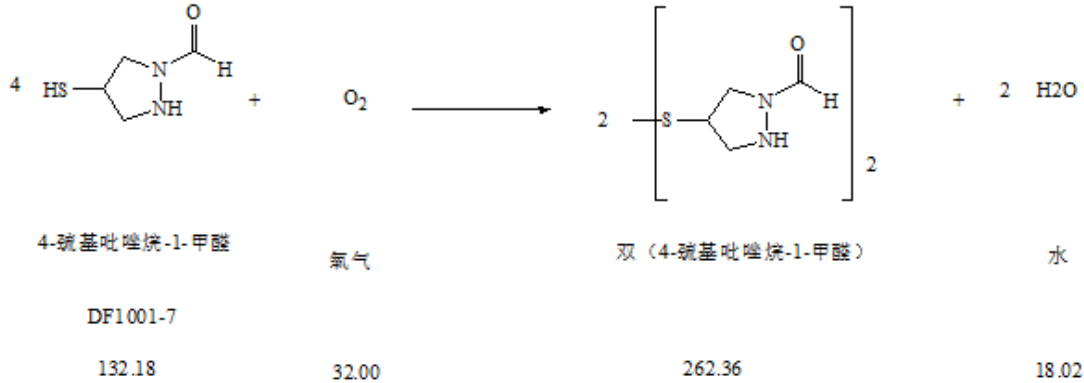


图 3.5.1-7 DF1001-7 生产工艺流程图

3.5.1.8 DF1001-8 生产工艺

工艺描述：

(1)氧化反应: 在装有上步反应液的 500L 反应釜中, 加热至温度 60~65℃, 通入氧气计时反应 6h (流量 5L/min), DF1001-7 与氧气反应生成 DF1001-7 和水, 氧过量, 产生反应废气 (G1-49 甲醇)。



(2) 浓缩: 常压浓缩甲醇至干, 得到 DF1001-8 油状物液体, 直接进行下一步反应。经冷凝后产生不凝气 (G1-50 甲醇), 冷凝液 (S1-11 甲醇、水) 在危废库暂存后由有资质单位处置。

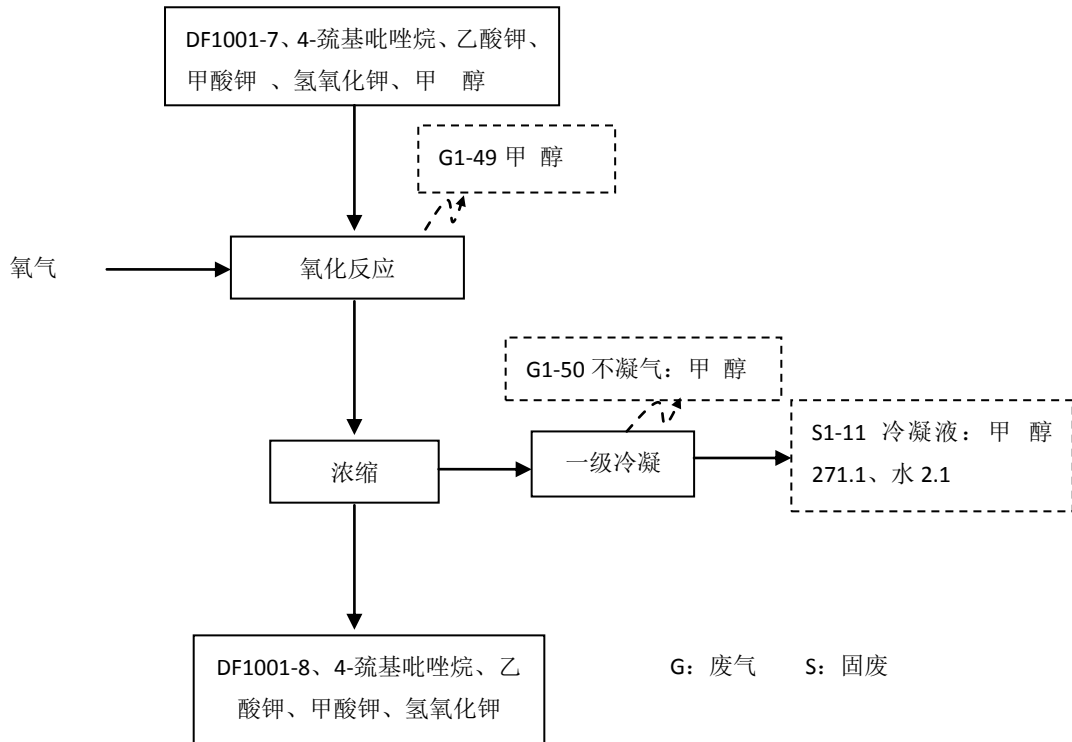


图 3.5.1-8 DF1001-8 生产工艺流程图

3.5.1.9 DF1001-9 生产工艺

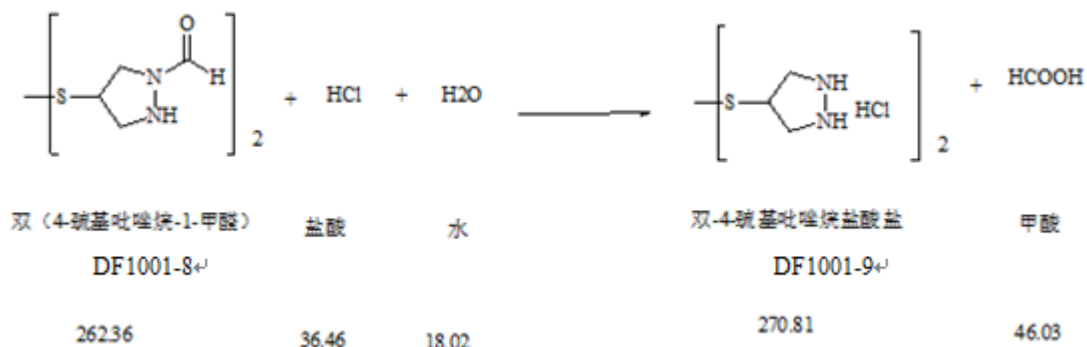
工艺描述:

(1) 加料: 将上步反应产物转移到另外一个 1000L 反应釜中, 再真空泵入

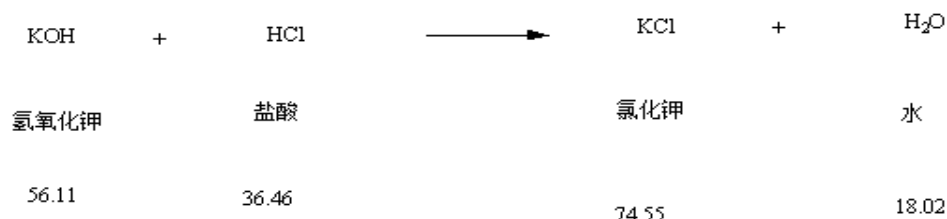
甲醇 300kg、36%盐酸 51kg，产生加料废气（G1-51 甲醇、HCl）。

(2)酸化反应：在 60~65℃条件下搅拌均匀，反应 2h，主反应为 DF1001-8、36%盐酸与水反应，生成 DF1001-9 和甲酸，盐酸和水过量；副反应为盐酸与氢氧化钾反应生成氯化钾和水，盐酸过量。产生反应废气（G1-52 甲醇、HCl、甲酸）。

主反应方程式：



副反应方程式：



(3) 析晶：釜内物料通过循环冷却水冷却至 25℃后搅拌均匀，析晶 2h，析出部分 DF1001-9，产生挥发废气（G1-53 甲醇、HCl、甲酸）。

(4) 抽滤：微负压状态下使用抽滤罐抽滤，产生挥发废气（G1-54 甲醇、HCl、甲酸），抽出的滤液（S1-12 甲醇、4-巯基吡唑烷、乙酸钾、甲酸钾、氯化钾、HCl、甲酸、水、DF1001-9）在危废库暂存后由有资质单位处置，滤饼（甲醇、4-巯基吡唑烷、乙酸钾、甲酸钾、氯化钾、HCl、甲酸、水、DF1001-9）进入下一工序。

(5) 洗涤过滤：滤饼用甲醇洗涤过滤 3 次，每次 30kg，洗涤过滤过程产生洗涤过滤废气（G1-55 甲醇、HCl）。洗涤液（S1-12 甲醇、4-巯基吡唑烷、乙酸钾、甲酸钾、氯化钾、HCl、甲酸、水、DF1001-9）与抽滤的滤液合并收集，在危废库暂存后由有资质单位处置。洗涤后的滤饼（DF1001-9、甲醇）送入下

一步工序。

(5) 干燥：滤饼在 45℃/-0.095Mpa 条件下，经双锥真空干燥后得淡黄色固体约 32.66kg。抽真空废气经一级冷凝后产生不凝气（G1-56 甲醇），冷凝液甲醇回用。

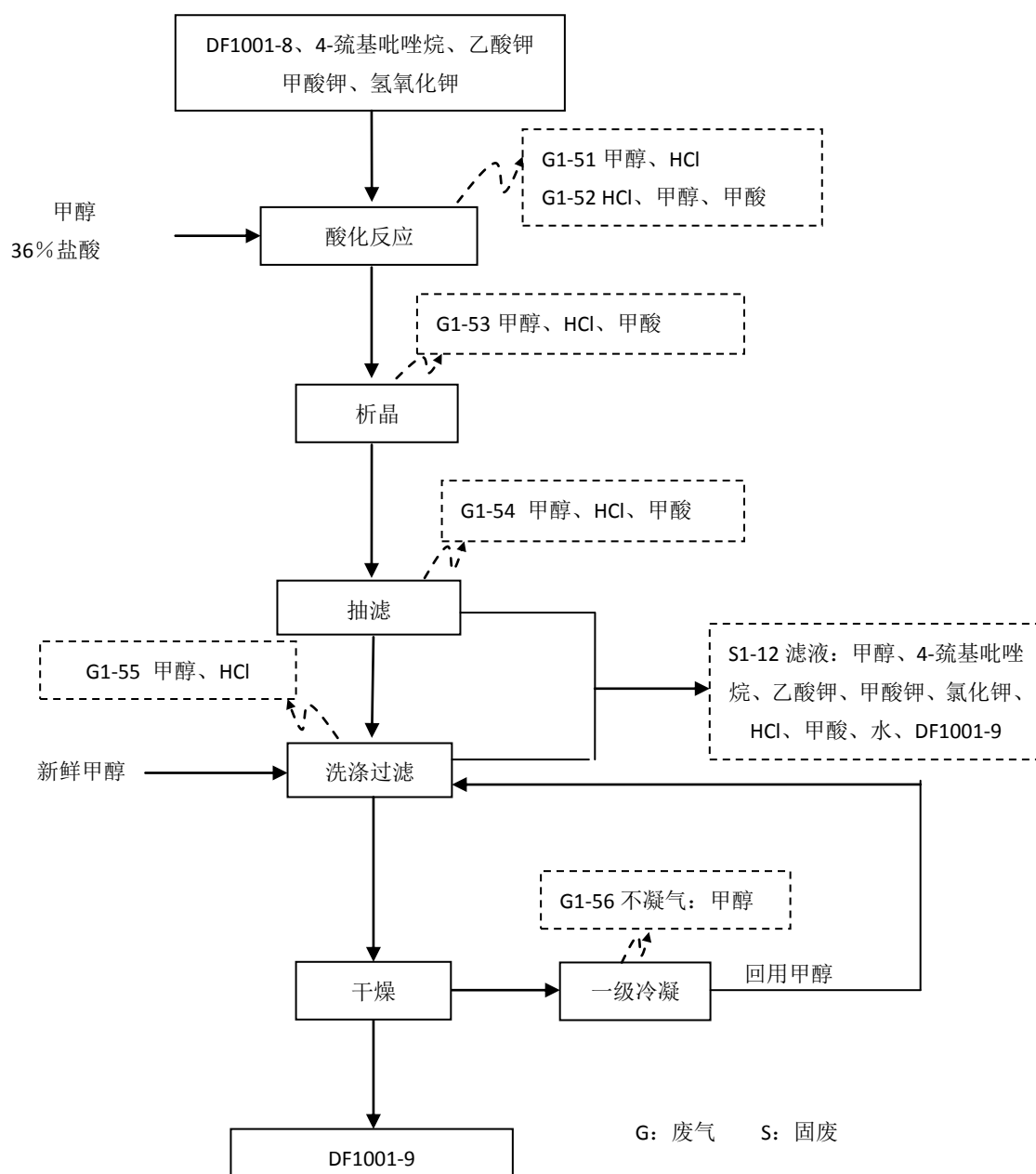


图 3.5.1-9 DF1001-9 生产工艺流程图

3.5.1.10 DF1001-10 生产工艺

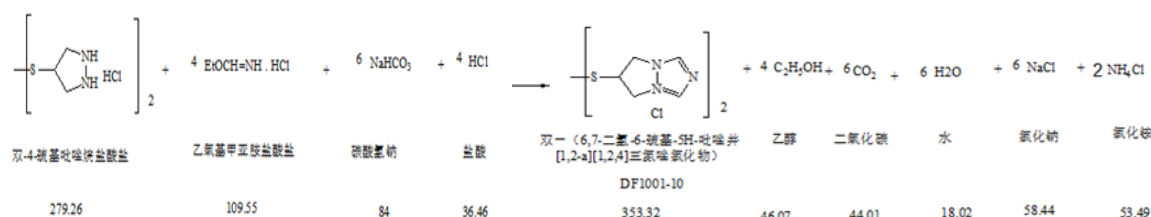
工艺描述：

(1) 加料：1000L 反应釜中人工加入 DF1001-9 26kg、碳酸氢钠 106kg、水 300kg，搅拌下冰盐水降温至 0~-2℃，人工加入乙氧基甲亚胺盐 102kg，完毕

搅拌 2h，从高位槽中慢慢滴入 36%盐酸 106kg，产生加料废气（G1-57 粉尘）、（G1-58 HCl）。

（2）成环反应：搅拌 30min 后，控制温度 70℃/-0.097Mpa，产生反应废气（G1-59 HCl、乙醇、CO₂）。

DF1001-9、乙氧基甲亚胺盐、碳酸氢钠和 36%盐酸反应生成 DF1001-10、乙醇 CO₂、水、氯化钠、氯化铵，乙氧基甲亚胺盐、碳酸氢钠和 36%盐酸过量。



（3）浓缩 1：在反应釜内将水层减压浓缩至干，抽真空废气经一级冷凝后产生不凝气（G1-60 HCl、乙醇）、冷凝液（W1-2 HCl、乙醇、水）送入厂区污水处理站。

（4）抽滤：在反应釜内加入甲醇 200kg 升温至回流，趁热抽滤，产生挥发废气（G1-61 甲醇）。滤饼（S1-13 乙氧基甲亚胺盐、碳酸氢钠、氯化钠、氯化铵、甲醇、DF1001-10）在危废库暂存后由有资质单位处置。滤液（甲醇、DF1001-10）进入下一步工序。

（5）浓缩 2：将抽滤出的滤液泵入 500L 反应釜内，产生倒罐废气（G1-62 甲醇），控制温度在 70℃/-0.097Mpa 条件下减压浓缩至干，蒸出全部甲醇，抽真空废气经一级冷凝后产生不凝气（G1-63 甲醇）。冷凝液甲醇回用。

（6）析晶：在 500L 反应釜内加入甲醇 140kg，产生加料废气（G1-64 甲醇）升温至回流，然后慢慢冷却析晶并于-5℃搅拌 8-10h。产生挥发废气（G1-65 甲醇）。

（7）过滤：析晶后的物料经离心过滤，产生挥发废气（G1-66 甲醇），滤液（S1-14 甲醇、DF1001-10）收集并在危废库暂存后由有资质单位处置。滤饼（甲醇、DF1001-10）进入下一步工序。

（8）干燥：滤饼在 45℃/-0.095Mpa 条件下，经双锥真空干燥后得淡黄色固体约 28kg。抽真空废气经一级冷凝后产生不凝气（G1-67 甲醇），冷凝液甲醇回用。

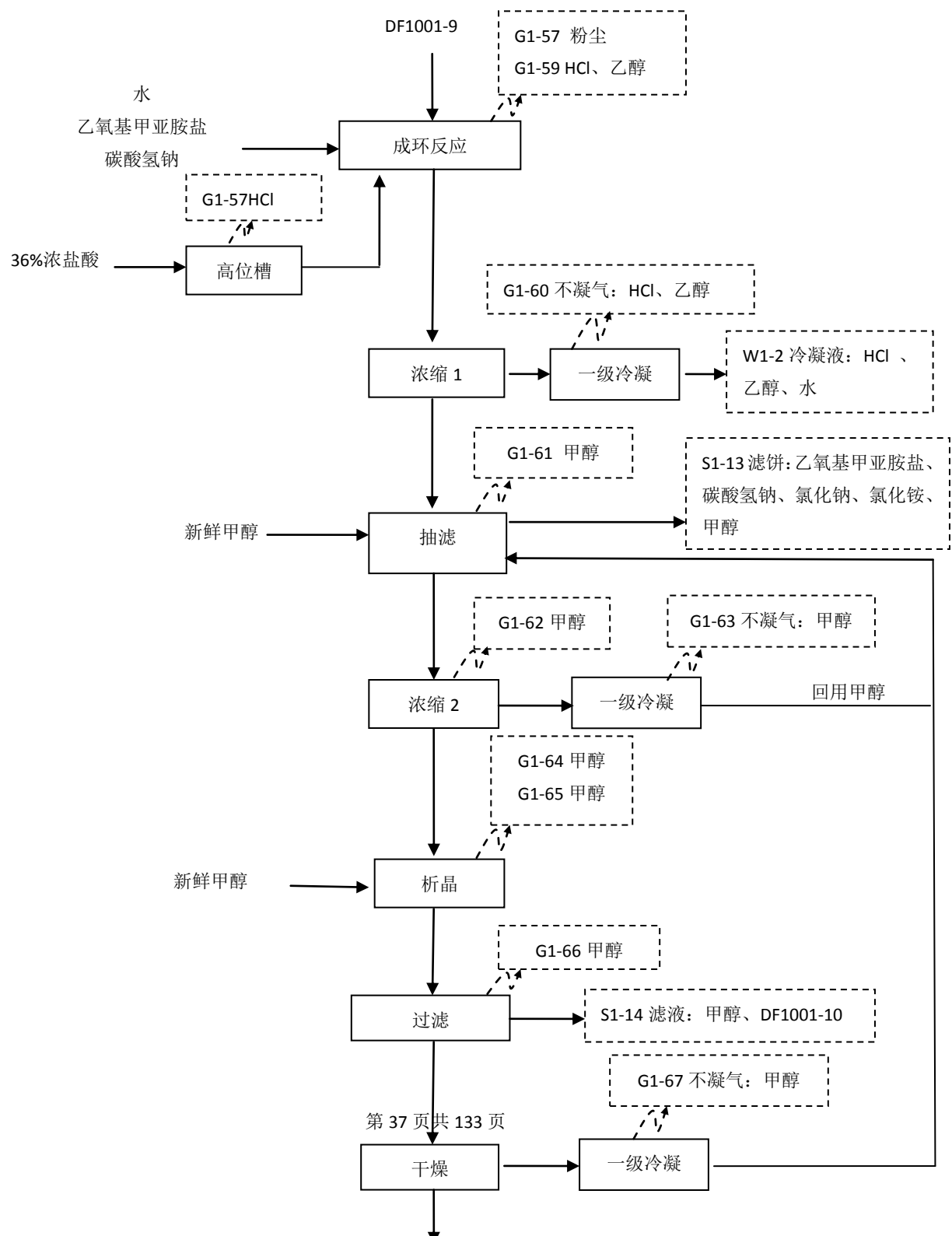


图 3.5.1-10 DF1001-10 生产工艺流程图

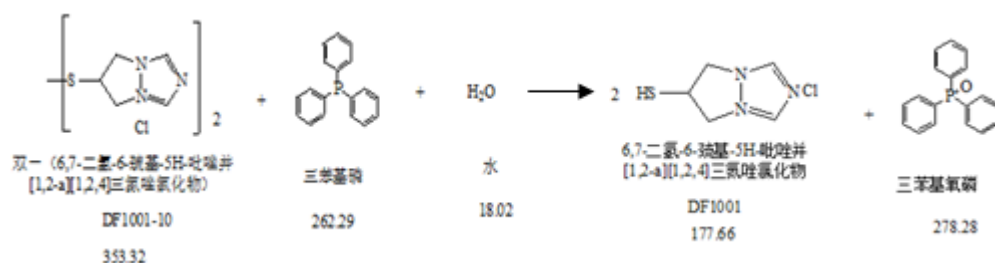
3.5.1.11 DF1001 生产工艺

工艺描述:

(1) 加料: 500L 反应釜中, 真空泵入 120kg 水、120kg 二氧六环, 产生加料废气(G1-68 二氧六环), 搅拌下人工加入 30kg DF1001-10、30kg 三苯基膦, 产生加料废气(G1-69 粉尘)。

(2) 氧化还原反应: 于 80~85℃条件下搅拌反应 3h, 反应完毕, 冷却至室温, 产生反应废气(G1-70 二氧六环)。

DF1001-10、三苯基膦和水反应生成 DF1001 和三苯基氧膦, 三苯基膦和水过量。



(3) 分层: 在反应釜内静置分层, 分取上层有机层 (S1-15 三苯基膦、三苯基氧膦、二氧六环、水、DF1001) 在危废库暂存后由有资质单位处置, 产生有机废气(G1-71 二氧六环)。

(4) 浓缩: 下层水层 (二氧六环、水、DF1001) 在原反应釜内控制温度在 65℃/-0.097Mpa 条件下减压浓缩至干, 蒸出全部的二氧六环和水, 抽真空废气经一级冷凝后产生不凝气(G1-72 二氧六环), 冷凝液(S1-16 二氧六环、水)在危废库暂存后由有资质单位处置。

(5) 析晶: 原反应釜内真空泵入无水乙醇 50kg 搅拌, 升温至 65℃后溶清, 冰盐水冷却至 0~-5℃并搅拌, 析晶 3h, 产生挥发废气(G1-73 乙醇)。

(6) 过滤: 析晶后的物料经离心机离心过滤, 得到湿品(DF1001、乙醇),

滤液(S1-17 DF1001、乙醇)在危废库暂存后由有资质单位处置，过滤过程产生挥发废气(G1-74 乙醇)。

(7) 干燥：湿品在 45℃/-0.095Mpa 条件下，经双锥干燥器真空干燥 4h 后得产品(DF1001)15kg，抽真空废气经一级冷凝后产生不凝气(G1-75 乙醇)，冷凝液乙醇回用。

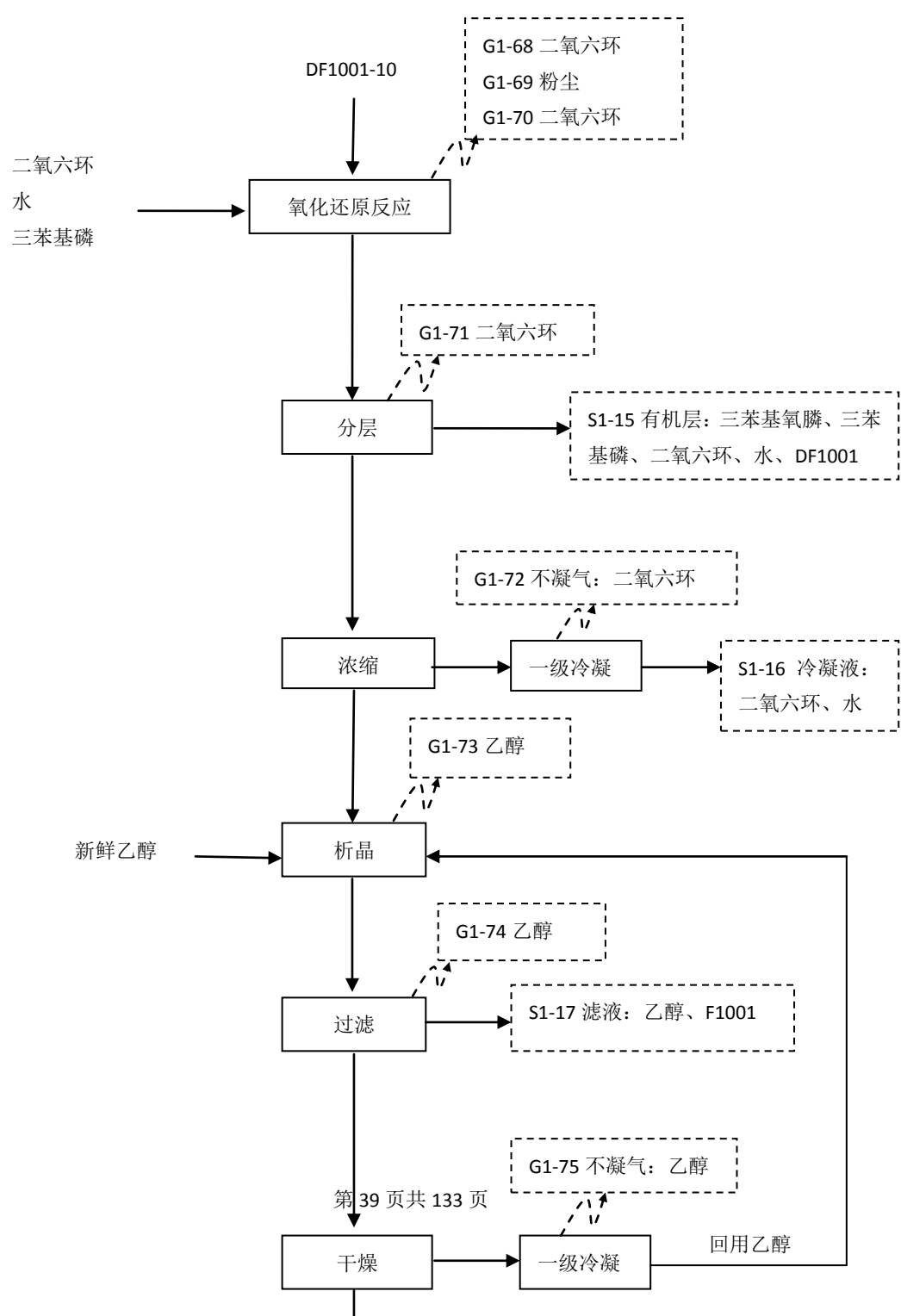


图 3.5.1-11 DF1001 生产工艺流程图

项目排污节点见表 3.5.1-1。

表 3.5.1-1 项目排污节点一览表

类别	序号	污染源	主要污染物	产生特征	收集方式	治理措施或去向
废气	G1-1	缩合反应加料	水合肼、丙酮	间歇	管道	“布袋除尘器+二级喷淋洗涤塔+光氧催化设备”处理后,经 1 根 25m 排气筒排放
	G1-2	缩合反应加料	甲酸乙酯	间歇	管道	
	G1-3	缩合反应	水合肼、甲酸乙酯、丙酮、乙醇	间歇	管道	
	G1-4	减压蒸馏	甲酸乙酯、丙酮、乙醇	间歇	管道	
	G1-5	析晶加料	丙酮、乙醇	间歇	管道	
	G1-6	析晶过程	丙酮、乙醇	间歇	管道	
	G1-7	过滤洗涤	丙酮、乙醇	间歇	管道	
	G1-8	干燥过程	丙酮、乙醇	间歇	管道	
	G1-9	取代反应 1 加料	乙酸乙酯、3-溴丙烯	间歇	管道	
	G1-10	取代反应 1 加料	粉尘	间歇	集气罩	
	G1-11	取代反应 1	乙酸乙酯、3-溴丙烯	间歇	管道	
	G1-12	过滤过程	乙酸乙酯、3-溴丙烯	间歇	管道	
	G1-13	过滤洗涤	乙酸乙酯、3-溴丙烯	间歇	管道	
	G1-14	浓缩过程	乙酸乙酯、3-溴丙烯	间歇	管道	
	G1-15	取代反应 2 加料	甲酸	间歇	管道	
	G1-16	倒罐废气	甲酸	间歇	管道	
	G1-17	取代反应 2	甲酸、丙酮	间歇	管道	

G1-18	浓缩过程	甲酸、丙酮	间歇	管道
G1-19	合成反应加料	二氯甲烷	间歇	管道
G1-20	倒罐废气	二氯甲烷	间歇	管道
G1-21	合成反应加料	溴	间歇	管道
G1-22	合成反应	二氯甲烷、溴	间歇	管道
G1-23	配制加料	粉尘	间歇	集气罩
G1-24	中和反应加料	二氯甲烷、溴	间歇	管道
G1-25	中和反应	二氯甲烷、溴	间歇	管道
G1-26	分层过程	二氯甲烷	间歇	管道
G1-27	萃取过程	二氯甲烷	间歇	管道
G1-28	加成反应加料	粉尘、二氯甲烷	间歇	集气罩
G1-29	加成反应	二氯甲烷、HBr	间歇	管道
G1-30	过滤过程	二氯甲烷	间歇	管道
G1-31	洗涤过程	二氯甲烷	间歇	管道
G1-32	蒸馏过程	二氯甲烷	间歇	管道
G1-33	析晶加料	乙酸乙酯、二氯甲烷	间歇	管道
G1-34	析晶过程	乙酸乙酯、二氯甲烷	间歇	管道
G1-35	离心过滤	乙酸乙酯、二氯甲烷	间歇	管道
G1-36	干燥过程	乙酸乙酯、二氯甲烷	间歇	管道
G1-37	取代反应 3 加料	粉尘	间歇	集气罩
G1-38	取代反应 3 加料	乙酸乙酯	间歇	管道
G1-39	取代反应 3	乙酸乙酯	间歇	管道
G1-40	过滤过程	乙酸乙酯	间歇	管道
G1-41	洗涤过滤	乙酸乙酯	间歇	管道
G1-42	蒸馏过程	乙酸乙酯	间歇	管道
G1-43	溶清加料	甲醇	间歇	管道
G1-44	溶清过程	甲醇	间歇	管道

G1-45	消除反应加料	粉尘	间歇	集气罩
G1-46	消除反应加料	甲醇	间歇	管道
G1-47	倒罐过程	甲醇	间歇	管道
G1-48	消除反应	甲醇	间歇	管道
G1-49	氧化反应	甲醇	间歇	管道
G1-50	浓缩过程	甲醇	间歇	管道
G1-51	酸化反应加料	甲醇、HCl	间歇	管道
G1-52	酸化反应	甲醇、HCl、甲酸	间歇	管道
G1-53	析晶过程	甲醇、HCl、甲酸	间歇	管道
G1-54	抽滤过程	甲醇、HCl、甲酸	间歇	管道
G1-55	洗涤过滤	甲醇、HCl	间歇	管道
G1-56	干燥过程	甲醇	间歇	管道
G1-57	成环反应加料	粉尘	间歇	集气罩
G1-58	成环反应加料	HCl	间歇	管道
G1-59	成环反应	HCl、乙醇	间歇	管道
G1-60	浓缩 1 过程	HCl、乙醇	间歇	管道
G1-61	抽滤过程	甲醇	间歇	管道
G1-62	倒罐废气	甲醇	间歇	管道
G1-63	浓缩 2 过程	甲醇	间歇	管道
G1-64	析晶加料	甲醇	间歇	管道
G1-65	析晶过程	甲醇	间歇	管道
G1-66	过滤过程	甲醇	间歇	管道
G1-67	干燥过程	甲醇	间歇	管道
G1-68	氧化还原反应加料	二氧六环	间歇	管道
G1-69	氧化还原反应加料	粉尘	间歇	集气罩
G1-70	氧化还原反应	二氧六环	间歇	管道
G1-71	分层过程	二氧六环	间歇	管道
G1-72	浓缩过程	二氧六环	间歇	管道

	G1-73	析晶过程	乙醇	间歇	管道	
	G1-74	过滤过程	乙醇	间歇	管道	
	G1-75	干燥过程	乙醇	间歇	管道	
废水	W1-1	萃取过程	水、次溴酸钠、溴化钠、氢氧化钠、二氯甲烷、DF1001-4	间歇	管道	经车间蒸发预处理后进入厂区污水处理站
	W1-2	浓缩过程	HCl、乙醇	间歇	管道	进入厂区污水处理站
固废	S1-1	减压蒸馏	甲酸乙酯、丙酮、乙醇、水	间歇	——	暂存后由有资质单位处置
	S1-2	洗涤过滤	丙酮、乙醇、DF1001-1、水	间歇		
	S1-3	干燥过程	丙酮、乙醇、水	间歇		
	S1-4	过滤过程	碳酸钾、溴化钾、水、DF1001-2、乙酸乙酯	间歇		
	S1-5	浓缩过程	乙酸乙酯、3-溴丙烯、水	间歇		
	S1-6	浓缩过程	甲酸、丙酮	间歇		
	S1-7	过滤洗涤	二氯甲烷、碳酸钾、溴化钾、水、	间歇		
	S1-8	离心过滤	乙酸乙酯、二氯甲烷、DF1001-5	间歇		
	S1-9	干燥过程	乙酸乙酯、二氯甲烷	间歇		
	S1-10	过滤洗涤	溴化钾、硫代乙酸钾、乙酸乙酯	间歇		
	S1-11	浓缩过程	甲醇、水	间歇		
	S1-12	过滤洗涤	甲醇、4-巯基吡唑烷、乙酸钾、甲酸钾、氯化钾、HCl、甲酸、水、DF1001-9	间歇		
	S1-13	抽滤过程	乙氧基甲亚胺盐、碳酸氢钠、氯化钠、氯化铵、甲醇	间歇		
	S1-14	过滤过程	甲醇、DF1001-10	间歇		
	S1-15	分层过程	三苯基膦、三苯基氧膦、二氧六环、	间歇		

			水、DF1001			
	S1-16	浓缩过程	二氧六环、水	间歇		
	S1-17	过滤过程	乙醇、DF1001	间歇		

3.5.2 多尼培南侧链工程分析

多尼培南侧链（以下简称 DF1002）生产线位于甲类车间一，年产量为 1t。本工艺由 L-羟基脯氨酸、对硝基氯甲酸苄酯(以下简称 PNZ-Cl)、碳酸钾、36%浓盐酸为起始原料，主要由缩合、酯化、酰化、还原、取代等反应生成，中间产品主要有 N-对硝基苄氧羰基-4-羰基脯氨酸(以下简称 DF1002-1)、N-对硝基苄氧羰基-4-羟基脯氨酸甲酯(以下简称 DF1002-2)、N-对硝基苄氧羰基-4-甲磺酸酯基-2-脯氨酸甲酯(以下简称 DF1002-3)、N-对硝基苄氧羰基-4-甲磺酸基-2-羟甲基吡咯烷(以下简称 DF1002-4)、N-对硝基苄氧羰基-4-硫代乙酰基-2-羟甲基吡咯烷(以下简称 DF1002-5)、磺酰胺基甲酸叔丁酯(以下简称 DF1002-6)，共 6 种。本产品生产周期为 7 天，每年排产 10 批、每批 100kg，总收率为 53.86%。

3.5.2.1 DF1002-1 生产工艺

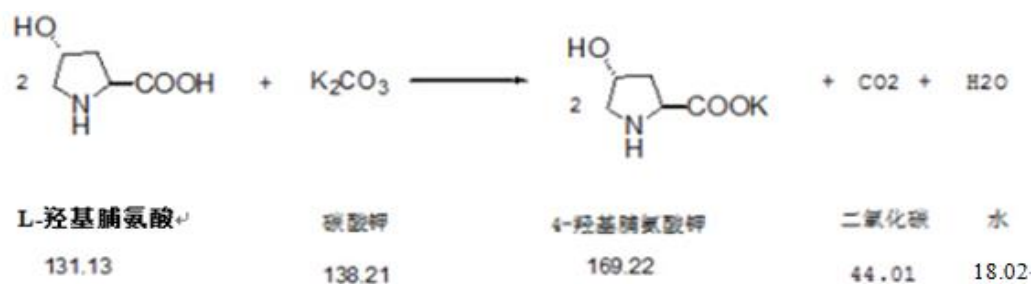
工艺描述：

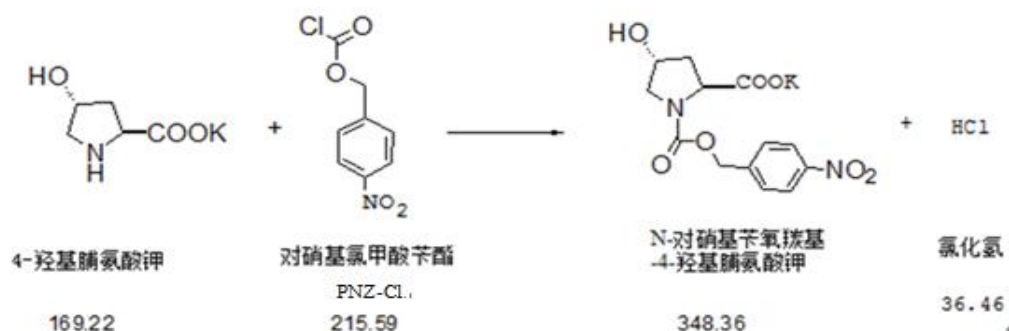
(1) 配制：真空泵入 240kg 乙酸乙酯，产生加料废气（G2-1 乙酸乙酯），将 352kgPNZ-Cl 人工加入 500L 高位槽内，产生加料废气（G2-2 粉尘），搅拌均匀成混合溶液。

(2)缩合反应: 3000L 反应釜中人工加入 L-羟基脯氨酸 200kg、碳酸钾 380kg，产生加料废气（G2-3 粉尘），加入水 1000kg，搅拌溶清（微有放热），用冰盐水冷却至 0℃。滴加高位槽中配制好的【PNZ-Cl+乙酸乙酯】溶液，产生加料废气（G2-4 乙酸乙酯）。控制温度在 0~5℃之间，约 2h 滴加完毕，保温并搅拌 1h，产生反应废气（G2-5 乙酸乙酯、HCl、N-对硝基苄氧羰基-4-羰基脯氨酸钾、4-（4-硝基苄氧羰基）吡咯-2-羧酸）。

主反应：①其中 190 kg L-羟基脯氨酸与 380 kg 碳酸钾反应，生成 4-羟基脯氨酸钾、CO₂ 和水，碳酸钾过量；②4-羟基脯氨酸钾与 PNZ-Cl 反应生成 N-对硝基苄氧羰基-4-羰基脯氨酸钾和 HCl，PNZ-Cl 过量。

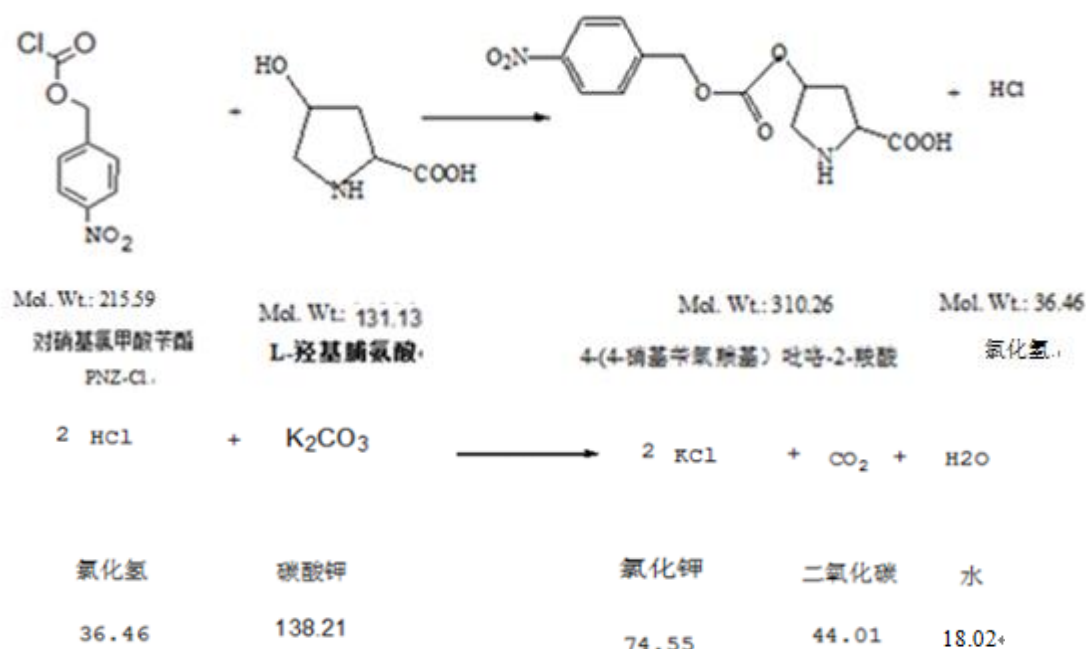
主反应方程式：





副反应：③剩余 10kgL-羟基脯氨酸与 PNZ-Cl 反应，生成 4-（4-硝基苄氧羰基）吡咯-2-羧酸和 HCl，PNZ-Cl 过量；④主、副反应生成的 HCl 和过量的碳酸钾反应，生成氯化钾、CO₂ 和水，碳酸钾过量。

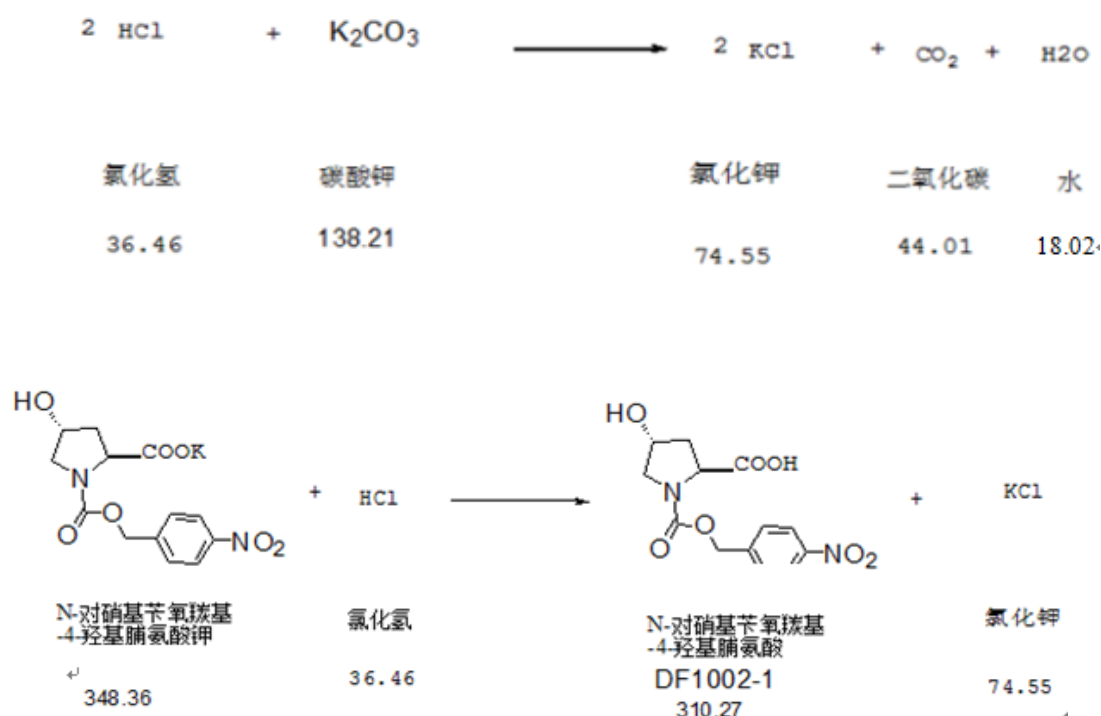
副反应方程式：



(4) 分层：原反应釜内加入 500kg 水使反应液溶清，静置分层，分出下层的部分水层（N-对硝基苄氧羰基-4-羧基脯氨酸、水、碳酸钾、氯化钾）至接收

罐内，再放出剩余的水层和全部的有机层(S2-1 乙酸乙酯、PNZ-Cl、4-(4-硝基苄氧羰基)吡咯-2-羧酸、水、氯化钾、N-对硝基苄氧羰基-4-羧基脯氨酸钾、碳酸钾)，在危废库暂存后由有资质单位处置。产生挥发废气(G2-6 乙酸乙酯、N-对硝基苄氧羰基-4-羧基脯氨酸钾、4-(4-硝基苄氧羰基)吡咯-2-羧酸)。

(5) **酸化反应**：将接收罐内分离出的水层（N-对硝基苄氧羰基-4-羰基脯氨酸、4-（4-硝基苄氧羰基）吡咯-2-羧酸、水、碳酸钾、氯化钾）重新泵入 3000L 反应釜中，冷却至 $<10^{\circ}\text{C}$ ，滴加 36%浓盐酸 450kg，产生加料废气（G2-7 HCl、N-对硝基苄氧羰基-4-羰基脯氨酸钾、4-（4-硝基苄氧羰基）吡咯-2-羧酸），保温搅拌 1.5h，氯化氢先与釜内剩余的碳酸钾完全反应，生成氯化钾、 CO_2 和水，氯化氢过量，过量的氯化氢再与 N-对硝基苄氧羰基-4-羰基脯氨酸钾反应，生成 DF1002，氯化氢过量，产生反应废气（G2-8 HCl、N-对硝基苄氧羰基-4-羰基脯氨酸钾、4-（4-硝基苄氧羰基）吡咯-2-羧酸、DF1002-1）。



(6) 离心过滤：反应后的物料经离心过滤，产生挥发废气（G2-9 HCl、4-（4-硝基苄氧羰基）吡咯-2-羧酸、DF1002-1），分离出的滤液（W2-1 水、氯化钾、HCl、4-（4-硝基苄氧羰基）吡咯-2-羧酸、DF1002-1）进入厂区污水处理站。

(7) **洗涤过滤**：滤饼用水洗涤过滤 3 次，每次 100kg。洗涤过程产生洗涤过滤废气（G2-9 HCl₂、4-（4-硝基苄氧羰基）吡咯-2-羧酸、DF1002-1）。洗涤液

(W2-1 水、氯化钾、HCl、4-(4-硝基苄氧羰基)吡咯-2-羧酸、DF1002-1)与离心过滤的滤液合并收集在危废库暂存后由有资质单位处置。洗涤后的滤饼(DF1002-1、水)送入下一步工序。

(8) 干燥: 滤饼送入双锥干燥器, 在 50℃/-0.095Mpa 条件下干燥 24h, 得到 414kg DF1002-1。产生干燥废气 (G2-10 DF1002-1)

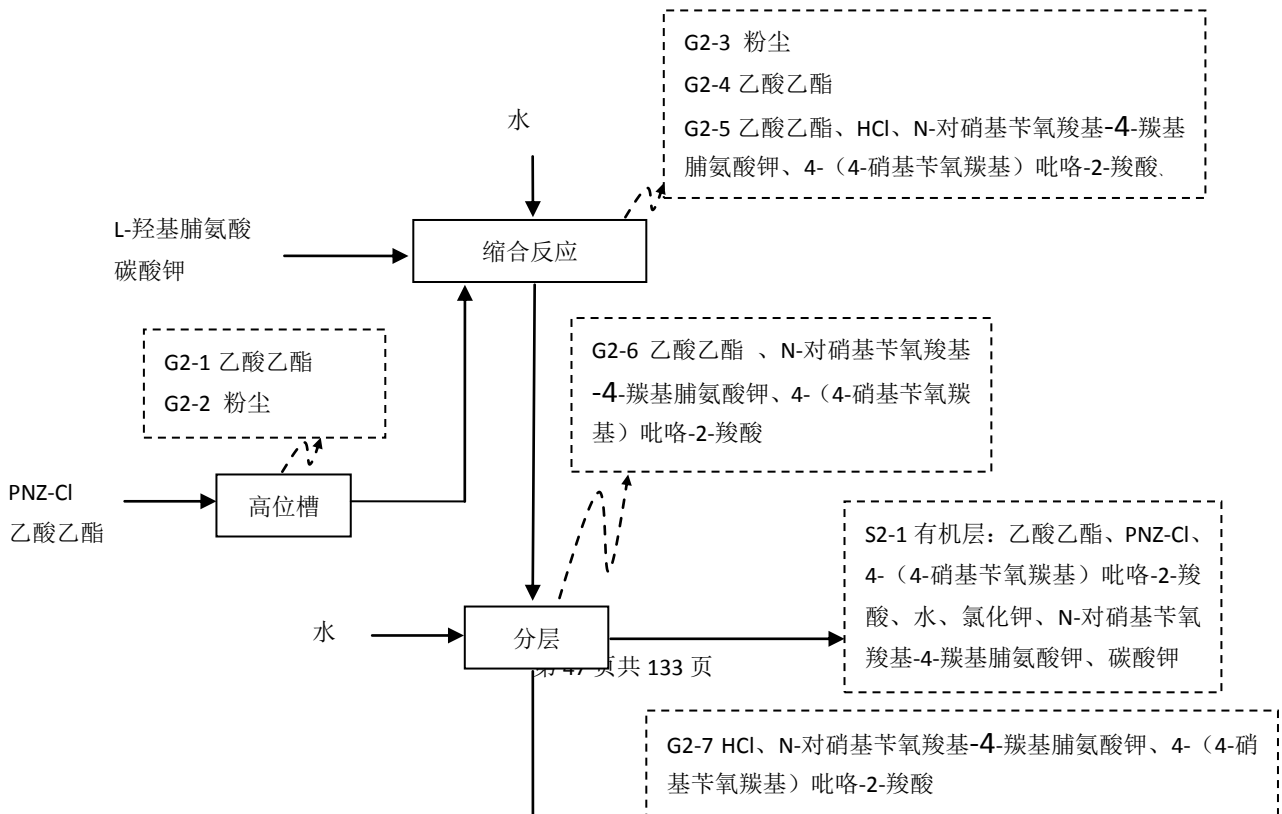


图 3.5.2-1 DF1002-1 生产工艺流程图

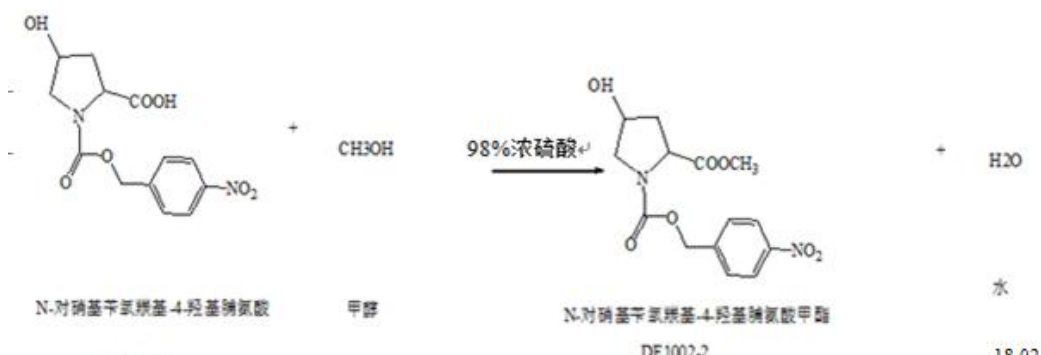
3.5.2.2 DF1002-2 生产工艺

工艺描述:

(1)加料: 3000L 反应釜中人工加入 DF1002-1 200kg, 产生加料废气(G2-11 DF1002-1), 真空加入甲醇 800kg、98%浓硫酸 12kg, 产生加料废气(G2-12 甲醇、硫酸雾)。

(2)酯化反应: 反应釜内物料加热至 60℃, 反应约 7h, 产生反应废气(G2-13 甲醇、硫酸雾、DF1002-1、DF1002-2)。

DF1002-1 与甲醇反应生成 DF1002-2 和水, 浓硫酸做催化剂, 甲醇过量。



(3) **配制**：配制釜中人工加入 10 kg 氢氧化钠和 90kg 水，搅拌均匀配制成 10% 氢氧化钠溶液，待用，产生加料废气(G1-14 粉尘、DF1002-2)。

(4) **中和反应**：用循环水将反应液冷却至<10℃，真空加入 100 kg 10% 氢氧化钠溶液并搅拌均匀，用来中和浓硫酸，产生加料废气（G2-15 甲醇、硫酸雾、DF1002-2）和反应废气（G2-16 甲醇、硫酸雾、DF1002-2）。

氢氧化钠与浓硫酸反应，生成硫酸钠和水，氢氧化钠过量。



(5) **减压蒸馏**：釜内物料在 40℃/-0.095Mpa 条件下减压蒸馏出大部分甲醇和少量水分，抽真空废气经一级冷凝后，产生不凝气(G2-17 甲醇、DF1002-2)，冷凝液套用 7 次后作为危险废物（S2-2 甲醇、水）收集在危废库暂存后由有资质单位处置，釜底液（DF1002-2、氢氧化钠、硫酸钠、甲醇和水混合液）留在釜中待用。

(6) **配制**：配制釜中人工加入 100 kg 氯化钠和 900kg 水，搅拌均匀配制成 10% 氯化钠溶液，待用，产生加料废气(G1-18 粉尘)。

(7) **分层**：釜底液中真空加入乙酸乙酯 800kg、10%氯化钠溶液 1000kg，产生加料废气（G2-19 乙酸乙酯、甲醇、DF1002-2），静置分层后，产生挥发废气（G2-20 乙酸乙酯、甲醇、DF1002-2）。分出下层部分有机层和全部水层(W2-2 水、氢氧化钠、氯化钠、硫酸钠、甲醇、乙酸乙酯、DF1002-2)，送入厂区污水处理站。

(8) **蒸干**：有机层（DF1002-2、乙酸乙酯）在 50℃/-0.095Mpa 条件下减压蒸干，得到浅黄色油状产物 172kg。抽真空废气经一级冷凝后，产生不凝气(G2-21

乙酸乙酯、DF1002-2），干燥冷凝液乙酸乙酯回用于上步工序。

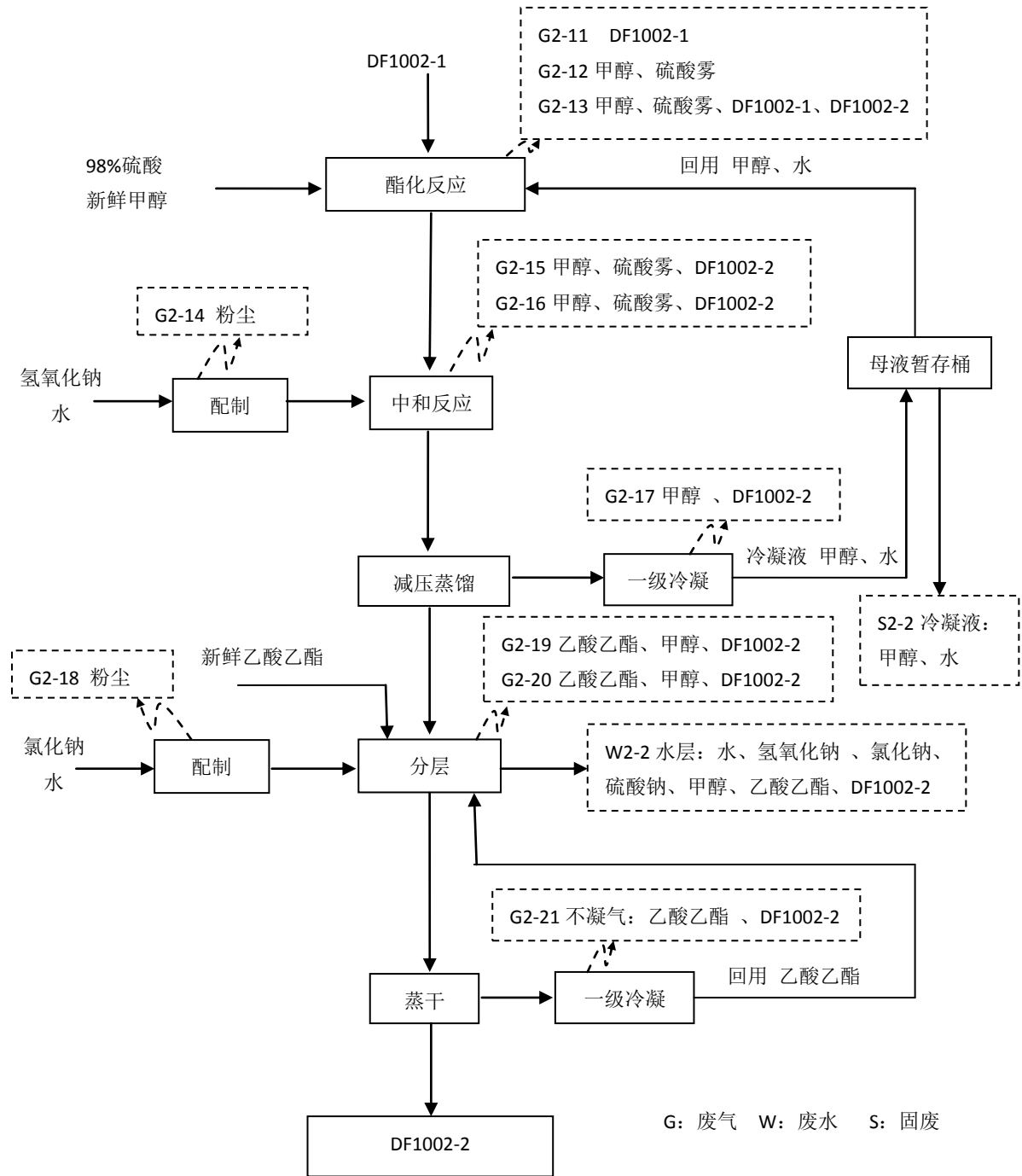


图 3.5.2-2 DF1002-2 生产工艺流程图

3.5.2.3 DF1002-3 生产工艺

工艺描述：

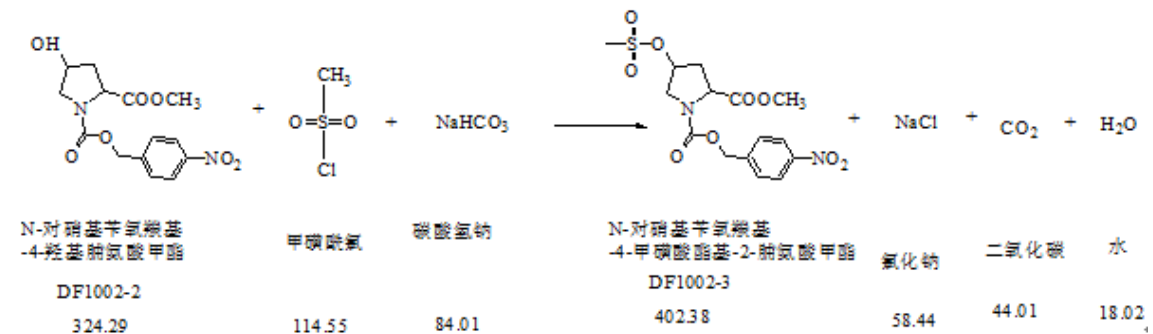
（1）加料：2000L 反应釜中人工加入 170 kg DF1002-2、58.5 kg 碳酸氢钠，产生加料废气（G2-22 粉尘、DF1002-2），真空泵入 850kg 二氯甲烷，（G2-23 二氯甲烷），搅拌均匀并降温至 0℃，控制温度在 0~5℃，滴加高位槽中的甲磺

酰氯 71 kg，产生加料废气（G2-24 甲磺酰氯、二氯甲烷）

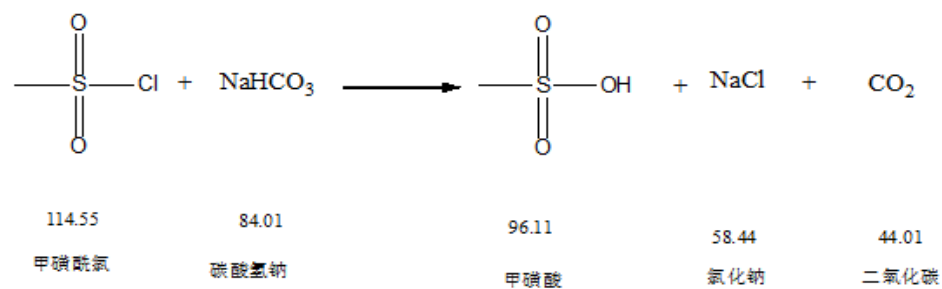
（2）酰化反应：甲磺酰氯滴毕保温搅拌 2h，产生反应废气（G2-25 二氯甲烷、甲磺酰氯、DF1002-2、DF1002-3）。

主反应为 DF1002-2、58.5 kg 碳酸氢钠与甲磺酰氯反应生成 DF1002-3，氯化钠、CO₂ 的水，碳酸氢钠与甲磺酰氯过量。副反应为碳酸氢钠与甲磺酰氯反应生成甲磺酸、氯化钠和 CO₂，碳酸氢钠过量。

主反应方程式：



副反应方程式：



（3）分层：原反应釜内加入 827kg 水，搅拌均匀后静置分层，分取上层的水层（W2-3 氯化钠、甲磺酸、碳酸氢钠、二氯甲烷、DF1002-3)送入厂区污水处理站，下层有机层（DF1002-3、二氯甲烷）进入下一步工序。产生分层废气（G2-26 二氯甲烷、DF1002-3）。

（4）蒸干：分出的有机层（DF1002-3、二氯甲烷）在 40℃/-0.095Mpa 条件下于原釜内减压蒸干得到淡黄色油状物（DF1002-3）214 kg。抽真空废气经一级冷凝后，产生不凝废气（G2-27 二氯甲烷、DF1002-3）。冷凝液二氯甲烷回用。

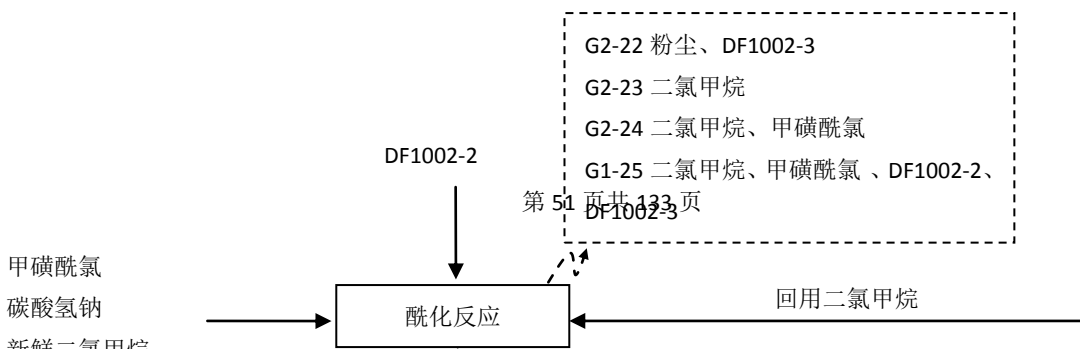


图 3.5.2-3 DF1002-3 生产工艺流程图

3.5.2.4 DF1002-4 生产工艺

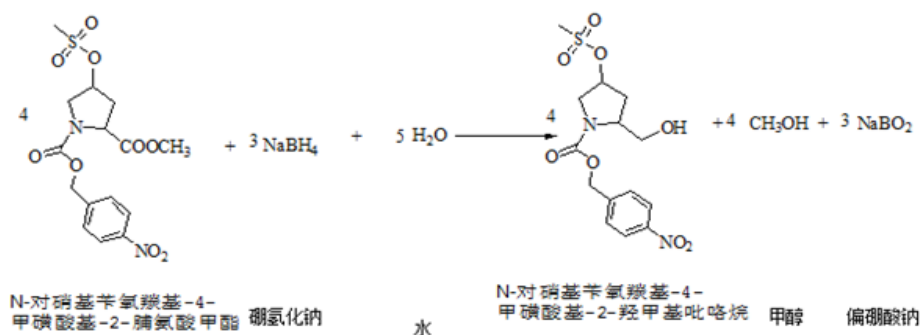
工艺描述:

(1) 配制: 1000L 反应釜中加入 853.67kg 水、搅拌下将 44.5kg 98%浓硫酸慢慢倒入水中, 配制成 5%硫酸溶液待用。产生加料废气 (G2-28 硫酸雾)

(2) 加料: 3000L 反应釜中人工加入 200 kg DF1002-3、真空泵入 750 kg 无水乙醇, 搅拌下冰盐水冷却至-5℃, 控制温度在-5~0℃条件下, 人工分次加入 86.9kg 硼氢化钠固体, 产生加料废气(G2-29 粉尘)、(G2-30 乙醇、DF1002-3)。

(3) 还原反应: 加料完毕保温搅拌 5h, 控制温度<10℃, 真空加入 5%硫酸搅拌, 产生反应废气 (G2-31 乙醇、甲醇、DF1002-3、DF1002-4)。

DF1002-3、硼氢化钠和 5%硫酸中的水反应生成 DF1002-4、甲醇、偏硼酸钠, 硼氢化钠和 5%硫酸中的水过量。



(4)分层: 3000L 反应釜中真空泵入 1200kg 乙酸乙酯, 产生加料废气(G2-32 乙醇、甲醇、DF1002-4)搅拌均匀后静置分层, 放出下层全部水层和部分有机层 (S2-3 水、甲醇、乙醇、硼氢化钠、偏硼酸钠、硫酸、DF1002-4、乙酸乙酯) 送入厂区污水处理站。上层有机层 (DF1002-4 和乙酸乙酯) 进入下一步工序。产生有机废气 (G2-33 乙酸乙酯、乙醇、甲醇、DF1002-4)。

(5) 蒸干: 有机层 (DF1002-4 和乙酸乙酯) 在原釜内, 于 60℃/-0.095Mpa 条件下减压蒸干得到淡黄色油状物 (DF1002-4)180 kg。抽真空废气经一级冷凝后产生不凝气 (G2-34 乙酸乙酯、DF1002-4), 冷凝液乙酸乙酯回用。

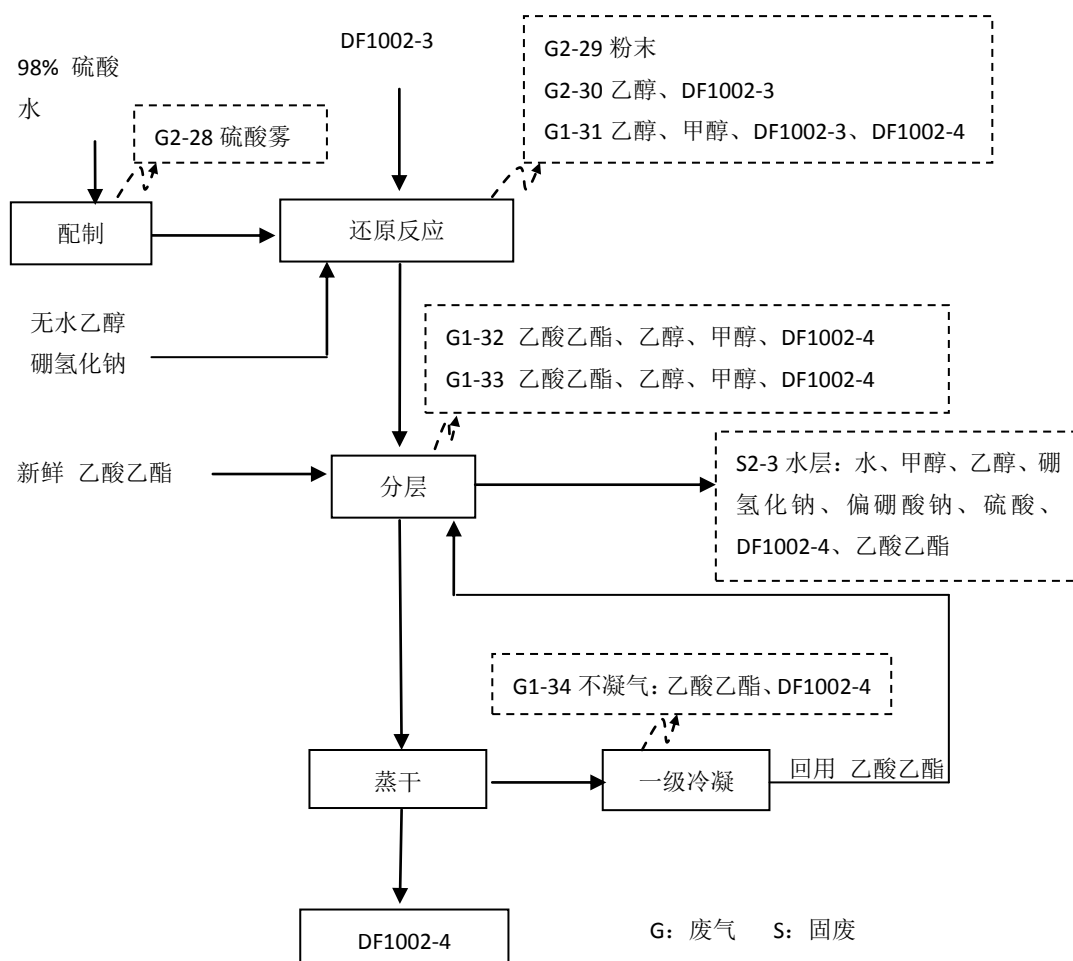


图 3.5.2-4 DF1002-4 生产工艺流程图

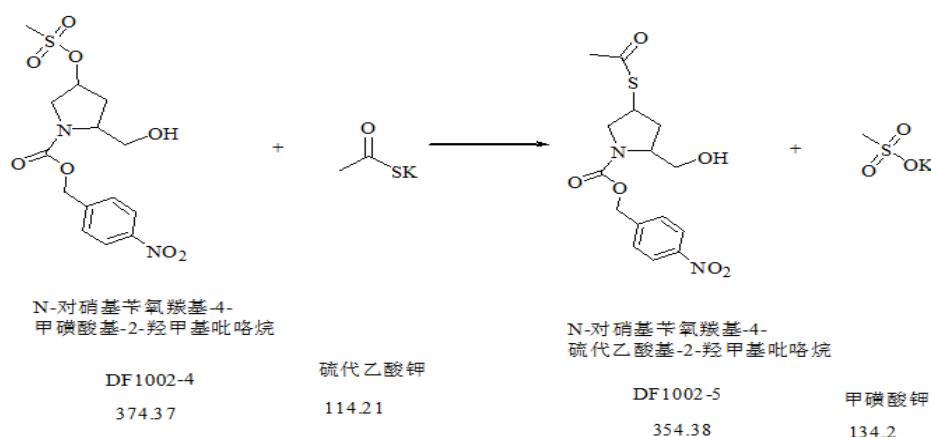
3.5.2.5 DF1002-5 生产工艺

工艺描述:

(1)加料: 1000L 反应釜中真空泵入 160kg DF1002-4、448kg 乙酸乙酯、344kg DMSO, 人工加入 71.2kg 硫代乙酸钾, 产生加料废气 (G2-35 乙酸乙酯、DMSO、DF1002-4)、(G2-36 粉尘)。

(2) 取代反应: 搅拌升温至 65℃, 保温搅拌 6h, 产生反应废气 (G2-37 乙酸乙酯、DMSO、DF1002-4、DF1002-5)。

DF1002-4 和硫代乙酸钾反应生成 DF1002-5 和甲磺酸钾, 硫代乙酸钾过量。



(3) 减压蒸馏: 在原反应釜内将反应液冷却至 35℃, 加入 400 kg 水, 产生加料废气 (G2-38 乙酸乙酯、DMSO、DF1002-5), 搅拌均匀, 在 40℃/-0.095Mpa 条件下减压蒸馏, 蒸出全部乙酸乙酯和部分 DMSO, 抽真空废气经一级冷凝后产生不凝气 (G2-39 乙酸乙酯、DMSO、DF1002-5), 冷凝液 (S2-4 乙酸乙酯、DMSO、水) 在危废库暂存后由有资质单位处置。釜底物料 (DF1002-5、DMSO、水、甲磺酸钾、硫代乙酸钾) 进入下一工序。

(4) 抽滤: 釜底物料在微负压状态下经抽滤罐抽滤, 抽滤的滤饼 (DF1002-5、DMSO、水、甲磺酸钾、硫代乙酸钾) 进入下一步工序, 滤液 (S2-5 DMSO、水、甲磺酸钾、硫代乙酸钾) 进入厂区污水处理站, 期间产生有机废气 (G2-40 DMSO、DF1002-5)。

(5) 过滤洗涤: 滤饼用水洗涤过滤 3 次, 每次 100kg。滤液 (W2-4 DMSO、水、甲磺酸钾、硫代乙酸钾) 进入厂区污水处理站, 洗涤后的滤饼 (DF1002-5、DMSO) 送入下一步工序。期间产生有机废气 (G2-41 DMSO、DF1002-5)。

(6) 干燥: 在 40℃/-0.095Mpa 条件下, 双锥干燥器真空干燥得到固体产品

(DF1002-5)约 151kg。抽真空废气经一级冷凝后产生不凝气(G2-41DF1002-5)，冷凝液水回用。

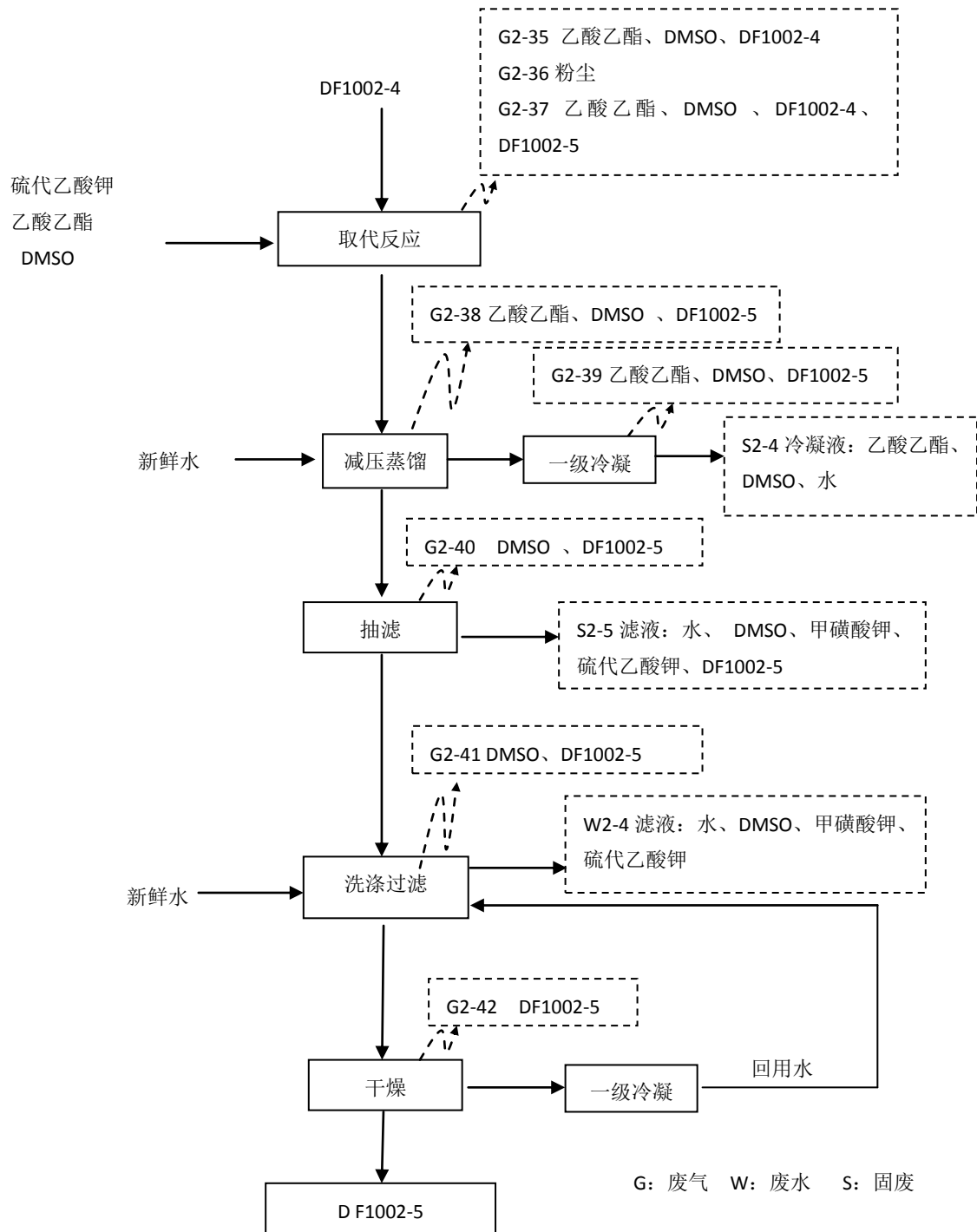


图 3.5.2-5 DF1002-5 生产工艺流程图

3.5.2.6 DF1002-6 生产工艺

工艺描述：

(1) 配制：高位槽中真空泵入 26.8kg 叔丁醇、20kg 甲苯，产生加料废气

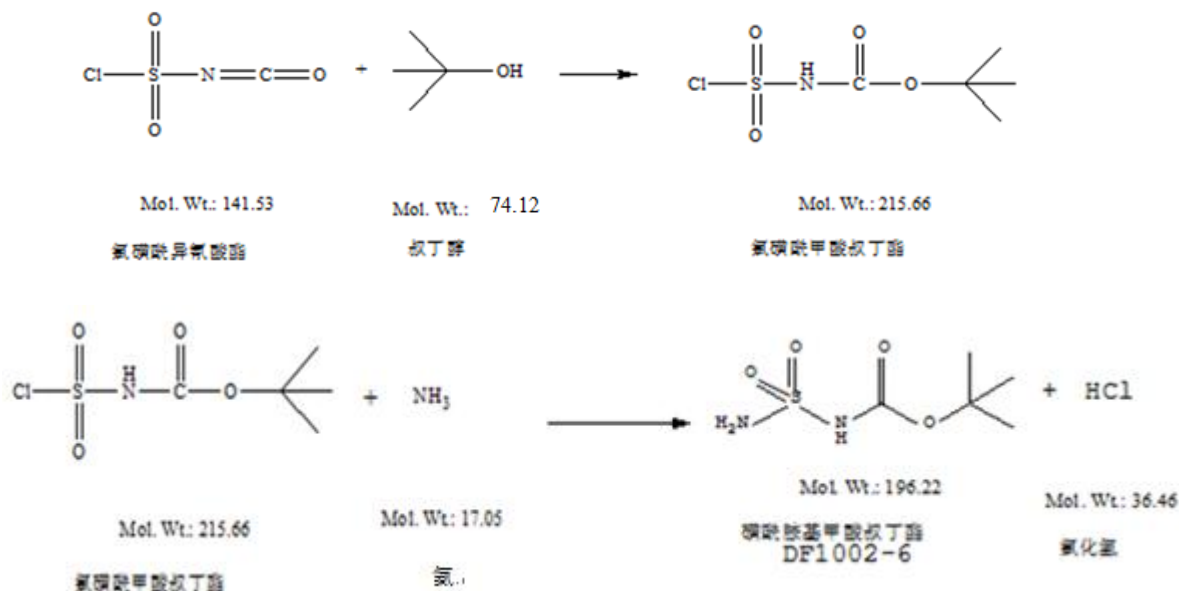
(G2-43 叔丁醇、甲苯)，另一个高位槽中真空泵入 145.8kg25%氨水，产生加料废气 (G2-44 氨)。

(2)加料: 1000L 反应釜中真空泵入 56.4 kg 氯磺酰异氰酸酯、360kg 甲苯，产生加料废气 (G2-45 氯磺酰异氰酸酯、甲苯)。搅拌下冷却至 20℃，控制温度 20~25℃。

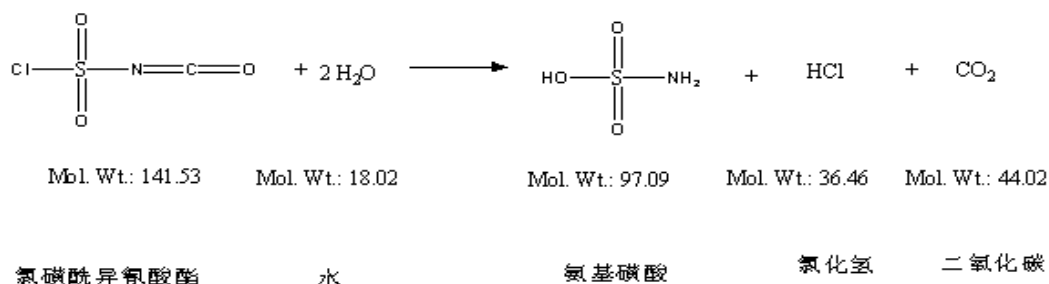
(3) 缩合反应: 滴加高位槽中预先配制好的【叔丁醇+甲苯】溶液，滴毕，保温搅拌 20min。向反应液中滴加 25%氨水，产生加料废气 (G2-46 叔丁醇、甲苯、氯磺酰异氰酸酯、氨)。控制温度在 25~30℃之间，瓶内物变稠厚，搅拌充分，产生反应废气 (G2-47 叔丁醇、甲苯、氯磺酰异氰酸酯、氨基磺酸、氨、HCl、CO₂)。

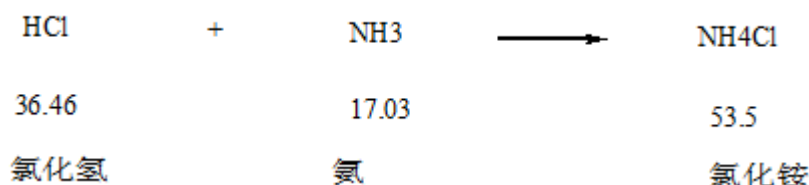
主反应为氯磺酰异氰酸酯与叔丁醇反应生成氯磺酰甲酸叔丁酯，氯磺酰异氰酸酯过量，氯磺酰甲酸叔丁酯再和氨反应生成 DF1002-6 和 HCl，氨过量。副反应为氯磺酰异氰酸酯与水反应生成氨基磺酸和 HCl，水过量，氨和 HCl 反应生成氯化铵，氨过量。

主反应方程式:



副反应方程式:





(3) 分层：原反应釜内加入 40kg 水，产生加料废气（G2-48 甲苯、氨基磺酸、氨）。搅拌均匀后静置过夜，产生分层废气（G2-49 甲苯、氨基磺酸、氨）。次日，分取下层的水层（氨、水、DF1002-6、氨基磺酸、氯化铵）进入下一步工序。上层的有机层（S2-6 甲苯、氨基磺酸、氨、水、DF1002-6、氯化铵）在危废库暂存后由有资质单位处置。

(4) 萃取：下层的水层（氨、水、DF1002-6、氨基磺酸、氯化铵）泵入萃取釜中，产生倒罐废气（G2-50 氨、氨基磺酸），真空泵入 480kg 乙酸乙酯，搅拌均匀后萃取，产生加料废气（G2-51 乙酸乙酯、氨、氨基磺酸）。搅拌均匀后静置分层，分取上层乙酸乙酯溶液（乙酸乙酯、DF1002-6）进入下一步工序，下层水层（W2-6 氨、氨基磺酸、水、DF1002-6、氯化铵、乙酸乙酯）送厂区污水处理站。产生萃取废气（G2-52 乙酸乙酯、氨、氨基磺酸）。

(5) 蒸干：釜内萃取后的乙酸乙酯溶液在 60℃/-0.095Mpa 条件下减压蒸干得到淡黄色油状物（DF1002-6）70 kg。抽真空废气经一级冷凝后产生不凝气（G2-53 乙酸乙酯），冷凝液（乙酸乙酯）回用。

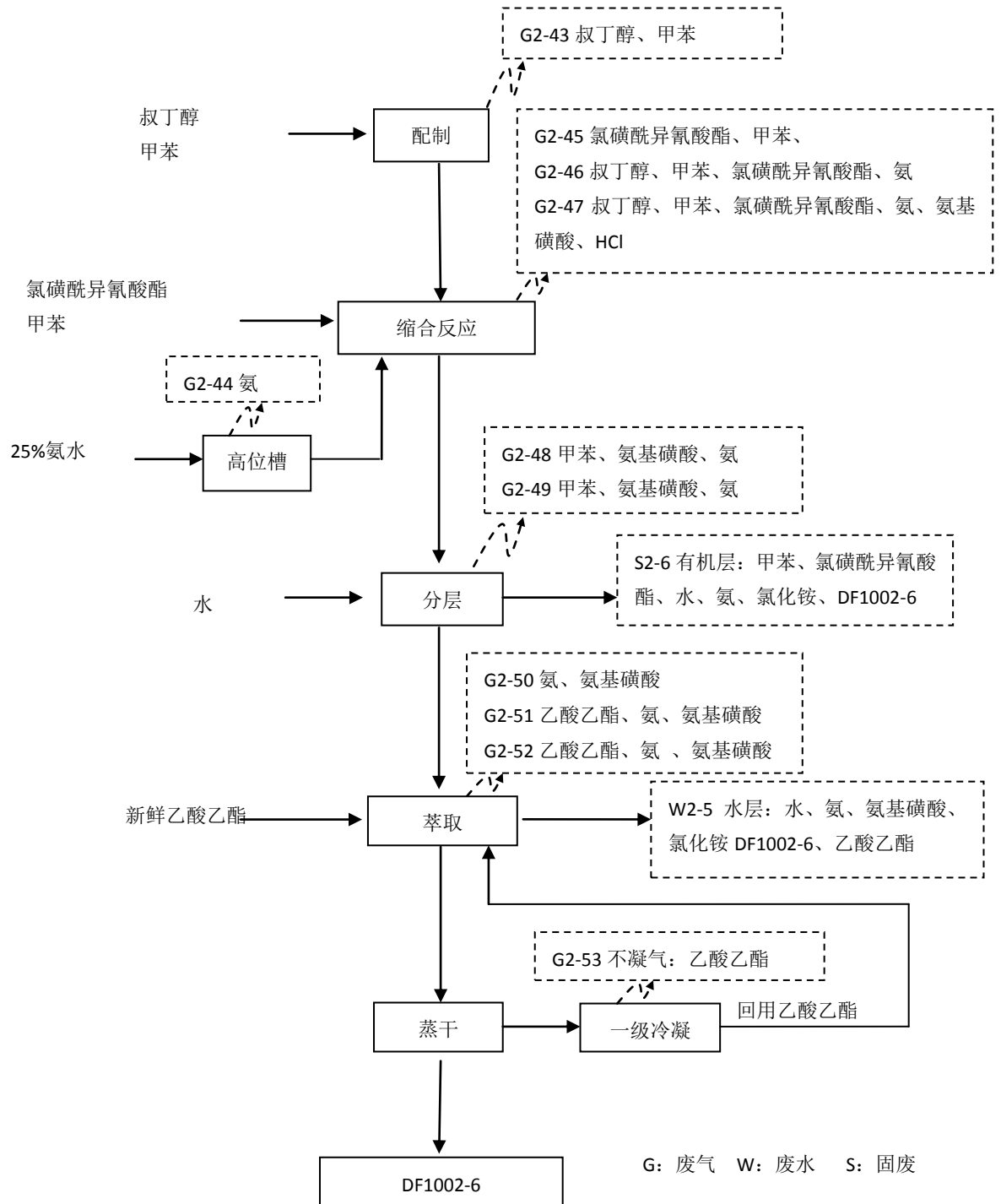


图 3.5.2-6 DF1002-6 生产工艺流程图

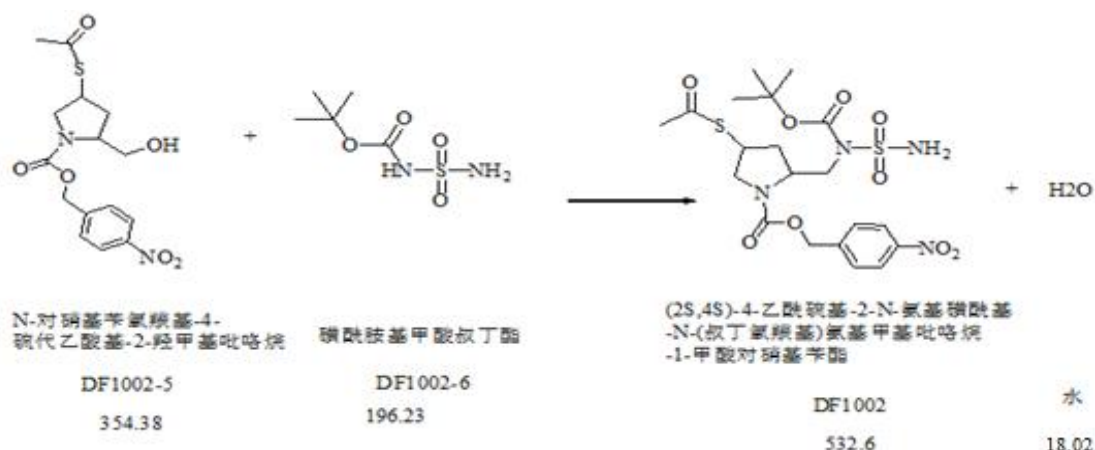
3.5.2.7 DF1002 生产工艺

工艺描述：

(1) **加料:** 1000L 反应釜中人工加入 94.4 kg DF1002-5 和 68 kg DF1002-6, 真空泵入 760kg 乙酸乙酯, 控制温度 50~55℃, 产生加料废气(G2-54 DF1002-5、粉尘)、(G2-55 乙酸乙酯)。

(2) **取代反应:** 加料完毕后保温搅拌 7h, 产生反应废气(G2-56 乙酸乙酯、DF1002-5、DF1002)。

DF1002-5 和 DF1002-6 反应生成 DF1002 和水, DF1002-6 过量。



(3) **减压蒸馏:** 釜中的物料在 55℃/-0.095Mpa 条件下减压浓缩蒸干, 蒸出全部乙酸乙酯和水, 得到浅酒红色粘稠物(DF1002-6、DF1002), 抽真空废气经冷凝后产生不凝气(G2-57 乙酸乙酯、DF1002), 冷凝液(S2-7 乙酸乙酯、水)在危废库暂存后由有资质单位处置。

(4) **析晶:** 反应釜内真空加入 400 kg 乙醇, 产生加料废气(G2-58 乙醇)加热至 60℃全部溶清, 慢慢冷却至 0℃, 搅拌 12h, 溶液中析出晶体(DF1002), 产生挥发废气(G2-59 乙醇、DF1002)。

(5) **抽滤:** 析晶后的物料在微负压状态下经抽滤罐抽滤, 滤液(S2-8 乙醇、DF1002-6、DF1002)在危废库暂存后由有资质单位处置, 滤饼(乙醇、DF1002-6、DF1002)进入下一步工序。期间产生有机废气(G2-60 乙醇、DF1002)。

(6) **洗涤过滤:** 滤饼用乙醇洗涤过滤 3 次, 每次 40kg。滤液(S2-9 乙醇、DF1002-6、DF1002)在危废库暂存后由有资质单位处置, 洗涤后的滤饼(乙醇、DF1002)进入下一步工序。期间产生有机废气(G2-61 乙醇、DF1002)。

(7) **干燥:** 滤饼在 55℃/-0.095Mpa 条件下经双锥干燥器干燥得到产品 100kg。抽真空废气一级冷凝后产生不凝气(G2-62 乙醇、DF1002), 冷凝液乙醇回用。

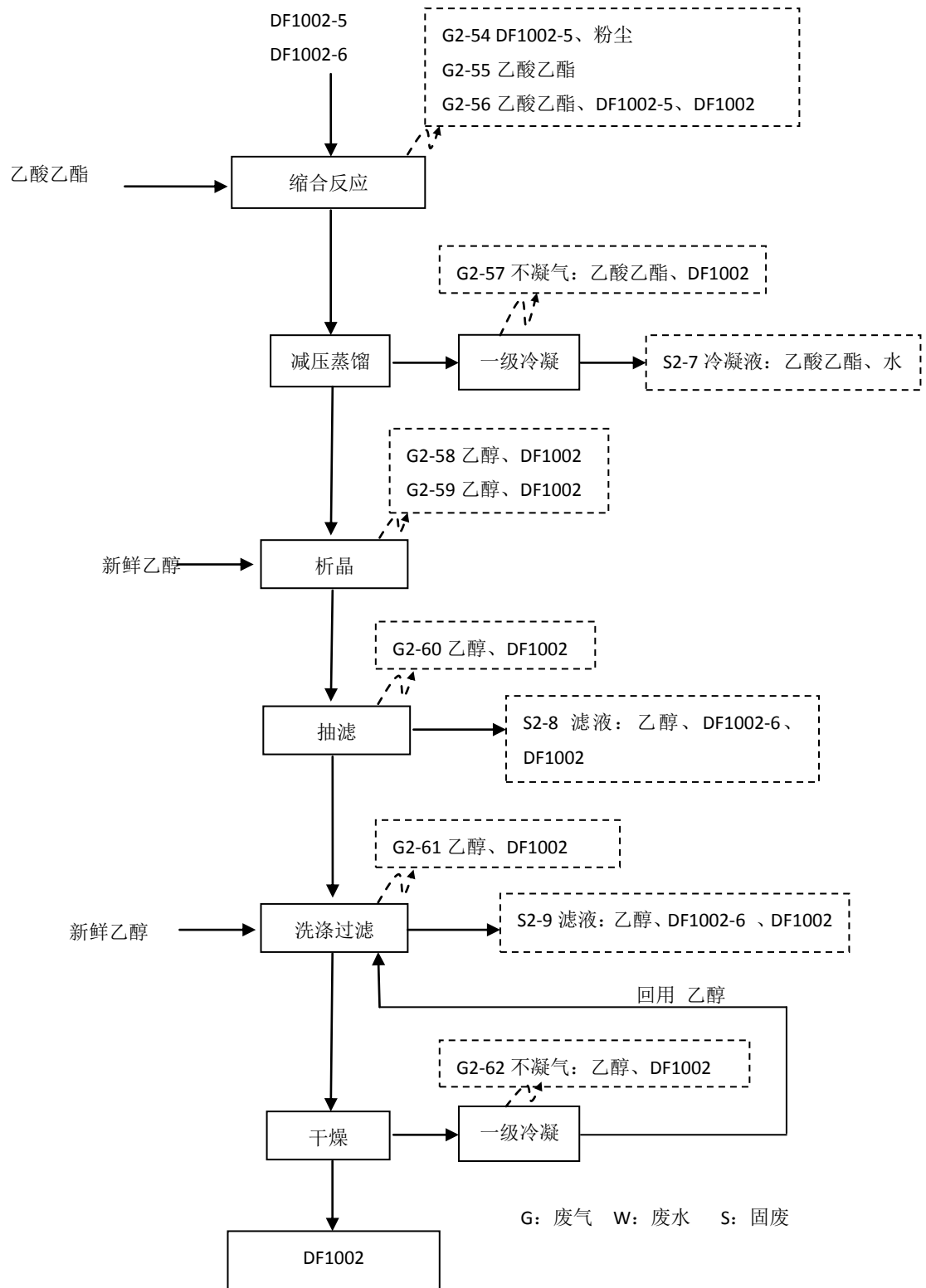


图 3.5.2-7 DF1002 生产工艺流程图

项目排污节点见表 3.5.2-1。

表 3.5.2-1 项目排污节点一览表

类别	序号	污染源	主要污染物	产生特征	收集方式	治理措施或去向
废气	G2-1	配制加料	乙酸乙酯	间歇	管道	“布袋除尘器+二级喷淋洗涤塔+光氧催化设备”处理后,经 1 根 25m 排气筒排放
	G2-2	配制加料	粉尘	间歇	集气罩	
	G2-3	缩合反应加料	粉尘	间歇	集气罩	
	G2-4	缩合反应加料	乙酸乙酯	间歇	管道	
	G2-5	缩合反应	乙酸乙酯、HCl、N-对硝基苄氧羰基-4-羧基脯氨酸钾、4-(4-硝基苄氧羰基)吡咯-2-羧酸	间歇	管道	
	G2-6	分层过程	乙酸乙酯、N-对硝基苄氧羰基-4-羧基脯氨酸钾、4-(4-硝基苄氧羰基)吡咯-2-羧酸	间歇	管道	
	G2-7	酸化反应加料	HCl、N-对硝基苄氧羰基-4-羧基脯氨酸钾、4-(4-硝基苄氧羰基)吡咯-2-羧酸	间歇	管道	
	G2-8	酸化反应	HCl、N-对硝基苄氧羰基-4-羧基脯氨酸钾、4-(4-硝基苄氧羰基)吡咯-2-羧酸、DF1002-1	间歇	管道	
	G2-9	过滤洗涤	N-对硝基苄氧羰基-4-羧基脯氨酸钾、4-(4-硝基苄氧羰基)吡咯-2-羧酸、DF1002-1	间歇	管道	
	G2-10	干燥过程	DF1002-1	间歇	管道	
	G2-11	酯化反应加料	DF1002-1	间歇	集气罩	
	G2-12	酯化反应加料	甲醇、硫酸雾	间歇	管道	
	G2-13	酯化反应	甲醇、硫酸雾、DF1002-1、DF1002-2	间歇	管道	
	G2-14	配制加料	粉尘	间歇	集气罩	

G2-15	中和反应加料	甲醇、硫酸雾、DF1002-2	间歇	管道
G2-16	中和反应	甲醇、硫酸雾、DF1002-2	间歇	管道
G2-17	蒸馏过程	甲醇、DF1002-2	间歇	管道
G2-18	配制加料	粉尘	间歇	集气罩
G2-19	分层加料	乙酸乙酯、甲醇、DF1002-2	间歇	管道
G2-20	分层过程	乙酸乙酯、甲醇、DF1002-2	间歇	管道
G2-21	蒸干过程	乙酸乙酯、DF1002-2	间歇	管道
G2-22	酰化反应加料	粉尘、DF1002-3	间歇	集气罩
G2-23	酰化反应加料	二氯甲烷	间歇	管道
G2-24	酰化反应加料	二氯甲烷、甲磺酰氯	间歇	管道
G2-25	酰化反应	二氯甲烷、甲磺酰氯、DF1002-2、DF1002-3	间歇	管道
G2-26	分层过程	二氯甲烷、DF1002-3	间歇	管道
G2-27	蒸干过程	二氯甲烷、DF1002-3	间歇	管道
G2-28	配制过程	硫酸雾	间歇	管道
G2-29	还原反应加料	粉尘	间歇	集气罩
G2-30	还原反应加料	乙醇、DF1002-3	间歇	管道
G2-31	还原反应	乙醇、甲醇、DF1002-3、DF1002-4	间歇	管道
G2-32	分层加料	乙酸乙酯、乙醇、甲醇、DF1002-4	间歇	管道
G2-33	分层过程	乙酸乙酯、乙醇、甲醇、DF1002-4	间歇	管道
G2-34	蒸干过程	乙酸乙酯、DF1002-4	间歇	管道
G2-35	取代反应加料	乙酸乙酯、DMSO、DF1002-4	间歇	管道
G2-36	取代反应加料	粉尘	间歇	集气罩
G2-37	取代反应	乙酸乙酯、DMSO、DF1002-4、DF1002-5	间歇	管道
G2-38	减压蒸馏加料	乙酸乙酯、DMSO、DF1002-5	间歇	管道

	G2-39	减压蒸馏	乙酸乙酯、DMSO、DF1002-5	间歇	管道	
	G2-40	抽滤过程	DMSO、DF1002-5	间歇	管道	
	G2-41	洗涤过滤	DMSO、DF1002-5	间歇	管道	
	G2-42	干燥过程	DF1002-5		管道	
	G2-43	配制加料	叔丁醇、甲苯	间歇	管道	
	G2-44	缩合反应加料	氨	间歇	管道	
	G2-45	缩合反应加料	氯磺酰异氰酸酯、甲苯	间歇	管道	
	G2-46	缩合反应加料	叔丁醇、甲苯、氨、氯磺酰异氰酸酯	间歇	管道	
	G2-47	缩合反应	叔丁醇、甲苯、氨、氯磺酰异氰酸酯、氨基磺酸、HCl	间歇	管道	
	G2-48	分层加料	甲苯、氨基磺酸、氨	间歇	管道	
	G2-49	分层过程	甲苯、氨基磺酸、氨	间歇	管道	
	G2-50	倒罐过程	氨、氨基磺酸	间歇	管道	
	G2-51	萃取加料	乙酸乙酯、氨、氨基磺酸	间歇	管道	
	G2-52	萃取过程	乙酸乙酯、氨、氨基磺酸	间歇	管道	
	G2-53	蒸干过程	乙酸乙酯	间歇	管道	
	G2-54	缩合反应加料	DF1002-5、粉尘	间歇	集气罩	
	G2-55	缩合反应加料	乙酸乙酯	间歇	管道	
	G2-56	缩合反应	乙酸乙酯、DF1002-5、DF1002	间歇	管道	
	G2-57	减压蒸馏	乙酸乙酯、DF1002	间歇	管道	
	G2-58	析晶加料	乙醇、DF1002	间歇	管道	
	G2-59	析晶过程	乙醇、DF1002	间歇	管道	
	G2-60	抽滤过程	乙醇、DF1002	间歇	管道	
	G2-61	洗涤过滤	乙醇、DF1002	间歇	管道	
	G2-62	干燥过程	乙醇、DF1002	间歇	管道	
废水	W2-1	过滤洗涤	水、氯化钾、HCl、4-(4-硝基苄氧羰基)吡咯-2-羧酸、DF1002-1	间歇	管道	经车间蒸发预处理后进入厂区污水处理站

	W2-2	分层过程	氢氧化钠、氯化钠、硫酸钠、甲醇、乙酸乙酯、DF1002-2、水	间歇	管道	
	W2-3	分层过程	氯化钠、甲磺酸、碳酸氢钠、二氯甲烷、DF1002-3、水	间歇	管道	
	W2-4	洗涤过滤	DMSO、甲磺酸钾、硫代乙酸钾、DF1002-5	间歇	管道	
	W2-5	萃取过程	氨、氨基磺酸、DF1002-6、氯化铵、乙酸乙酯	间歇	管道	
固废	S2-1	分层有机层	乙酸乙酯、PNZ-Cl、4-(4-硝基苄氧羰基)吡咯-2-羧酸、水、氯化钾、N-对硝基苄氧羰基-4-羧基脯氨酸钾、碳酸钾	间歇	——	暂存后由有资质单位处置
	S2-2	蒸馏冷凝液	甲醇、水	间歇		
	S2-3	分层过程	甲醇、乙醇、硼氢化钠、偏硼酸钠、硫酸、DF1002-4、乙酸乙酯	间歇		
	S2-4	减压蒸馏	乙酸乙酯、DMSO、水	间歇		
	S2-5	抽滤过程	DMSO、甲磺酸钾、硫代乙酸钾、DF1002-5	间歇		
	S2-6	分层过程	甲苯、氨基磺酸、氨、水、DF1002-6、氯化铵	间歇		
	S2-7	减压蒸馏	乙酸乙酯、水	间歇		
	S2-8	抽滤过程	乙醇、DF1002-6、DF1002	间歇		
	S2-9	洗涤过滤	乙醇、DF1002-6、DF1002	间歇		

