



**PRÉFET  
DU RHÔNE**

*Liberté  
Égalité  
Fraternité*

**Direction régionale de l'environnement,  
de l'aménagement et du logement  
Auvergne-Rhône-Alpes**

Rapport de contrôle de l'inspection des installations classées		
<b>Référence : UDR-CRT-2020-406</b>		
<b>Nom et adresse de l'établissement contrôlé</b>	<b>Code DREAL</b>	
DAIKIN CHEMICAL FRANCE Chemin de la Volta BP 52 69492 Pierre-Bénite Cedex	S3IC Priorité DREAL Régime SEVESO	106.308 <input type="checkbox"/> PN <input type="checkbox"/> AE <input type="checkbox"/> SP <input type="checkbox"/> Autre <input type="checkbox"/> A <input type="checkbox"/> E <input type="checkbox"/> D <input type="checkbox"/> NC <input type="checkbox"/> HAUT <input type="checkbox"/> BAS
<b>Activité principale :</b> Fabrication de polymères fluorés		
<b>Date du contrôle :</b> 9 septembre 2020		
<b>Inspecteur(s) :</b> Julie ARNAUD (UD Rhône) et Clarisse PIDOUX (PRICAE)		
<b>Type de contrôle</b>		
<input type="checkbox"/> Inspection annoncée <input type="checkbox"/> Inspection inopinée	<input type="checkbox"/> Inspection planifiée <input type="checkbox"/> Inspection circonstancielle	
<b>Circonstances du contrôle</b>		
<input type="checkbox"/> Plan de contrôle de la DREAL <input type="checkbox"/> Incident/Accident du .....	<input type="checkbox"/> Plainte <input type="checkbox"/> Autre : Suivi mise en demeure du HFP	
<b>Thème(s) du contrôle</b>	• Suivi de mise en demeure sur les émissions en HFP (hexafluoropropene) dans l'air	
<b>Principale(s) installation(s) contrôlée(s)</b>	• Mesures en cours par l'INERIS et ECS	
<b>Référentiel(s) du contrôle</b>	• Arrêté de mise en demeure du 5 mai 2020 sur les émissions de HFP • Arrêté ministériel du 2 février 1998 : article 27-7-c (valeurs limites en COV à mention de danger H351 sur les émissions canalisées) et article 58-III (surveillance 1 fois /an par an par un organisme choisi en accord avec l'inspection des installations classées)	
<b>Personne(s) rencontrée(s) et fonction(s)</b>		
<b>Nom</b>	<b>Société</b>	<b>Qualité</b>
Gaël MARSEILLE Christophe HURON Matthieu TOCI	DAIKIN CHEMICAL FRANCE DAIKIN CHEMICAL FRANCE DAIKIN CHEMICAL FRANCE	Directeur Responsable HSE Ingénieur process projet
<b>Copies</b>	<input type="checkbox"/> Exploitant <input type="checkbox"/> DREAL-PRICAE <input type="checkbox"/> Autre :	

## Constats de l'inspection

### I – Contexte

L'inspection a porté sur les émissions dans l'air HFP et l'arrêté de mise en demeure du 5 mai 2020.

#### Rappel du contexte et des échanges :

Le HFP (hexafluoropène) est un COV qui est une matière première du site. En 2018, DAIKIN a déclaré l'évolution du classement de l'HFP : **une nouvelle mention de danger H351 (susceptible de provoquer le cancer) a été ajoutée à la fiche de données de sécurité**. Cette mention n'apparaît toutefois pas encore dans la classification harmonisée européenne de cette substance.

Par courrier du 19 septembre 2018, il avait été demandé à l'exploitant de vérifier s'il respectait les valeurs limites d'émission dans l'air de l'arrêté ministériel du 2 février 1998 pour les COV cancérigènes (article 27-7-c : 20 mg/m<sup>3</sup> si le flux est supérieur à 100 g/h) ainsi que de donner la quantification annuelle des émissions et de préciser les moyens de traitement en place ou qui pourraient être mis en œuvre.

Suite à des échanges par mails et deux réunions les 7 mars et 2 juillet 2019, il avait été constaté que :

- Les mesures aux émissaires canalisés sont difficiles à réaliser, les points de rejet ne sont pas équipés de points de mesures normalisés. Toutefois, l'exploitant a pu faire des mesures : deux campagnes en 2018 et 2019 par un laboratoire extérieur, mais qui n'ont pas donné satisfaction (sous-estimation manifeste des émissions) puis une 3<sup>e</sup> campagne avec des prélèvements réalisés par Bureau Veritas dans des sacs Tedlar et des analyses faites en interne.
- Au vu des mesures disponibles après la 3<sup>e</sup> campagne, le site émet plus de 100 g/h de HFP, la valeur limite de 20 mg/m<sup>3</sup> est donc applicable aux points de rejets canalisés. Cette valeur limite est dépassée : entre 45 et 36000 mg/m<sup>3</sup> selon les émissaires.
- Les émissions annuelles en HFP sont estimées à **12,178 t/an pour la production maximale autorisée (2000 t/an)** (hors émissions fugitives), l'origine des émissions étant **principalement au niveau des étapes de finition** (11,1 t/an).
- Une étude a été commandée à une société extérieure en mai 2019 pour étudier les meilleures techniques disponibles pour réduire les émissions de HFP dont certains aspects ont été présentés en réunion en juillet 2019 (retour d'expérience sur d'autres procédés, diminution de l'HFP dissous lors du dégazage du réacteur, remplacement des bacs de dispersion, incinération ou captage des émissions en HFP de la partie finition).

Lors d'une inspection le 31 janvier 2020, il apparaissait que l'estimation des émissions totales en HFP était encore incomplète : l'exploitant n'avait pas encore réalisé de mesures des émissions fugitives et n'en avait pas planifié, et par ailleurs, l'étude des meilleures techniques disponibles pour réduire ou traiter les émissions n'a pas été remise.

Un arrêté de mise en demeure proposé suite à cette inspection (signé le 5 mai 2020) demande donc que l'exploitant réalise les actions suivantes :

- sous 3 mois :
  - étude de **solutions techniques pour réduire les émissions canalisées en dessous de 20 mg/m<sup>3</sup>**
  - et présentation d'une **methodologie pour réaliser une campagne de mesures fugitives**
- sous 6 mois : **bilan d'une campagne de mesure des émissions fugitives**
- pour le 30 novembre 2020 : **mise en œuvre de moyens de réduction ou de traitement des émissions canalisées** pour respecter 20 mg/m<sup>3</sup> sur les émissaires canalisés.

### Concernant les émissions canalisées :

- par mail du 27 juillet 2020, l'exploitant a transmis une étude de faisabilité du traitement des émissions canalisées, par la société AIGP (Etude de faisabilité – Projet mise en conformité COV du 19/06/2020) : ce rapport étudie plusieurs solutions de traitement de 5 points d'émission canalisés représentant un débit total de 25 000 m<sup>3</sup>/h : adsorption sur charbon actif, condensation cryogénique et incinération (sur site ou chez Arkema). Il conclut que la meilleure technique est le charbon actif mais avec des coûts importants et préconise donc de vérifier les quantités réelles d'HFP au niveau de chaque point d'émission et d'étudier les pistes de réduction au niveau de la finition 2 et notamment sur l'extrudeuse.
- lors d'une réunion en visio le 6 juillet 2020, l'exploitant avait indiqué que la suite de cette étude était la mise en œuvre d'un pilote à charbon actif pour valider l'efficacité de l'adsorption sur site. Le planning prévu à ce moment-là était un mois d'essais en novembre 2020, après redémarrage du site (arrêt long de septembre à novembre, lié à l'arrêt du site Arkema) et une mise en service de l'installation définitive après travaux.

Par ailleurs, compte tenu que l'arrêté ministériel du 2 février 1998 (article 58-III) demande une mesure par an des émissions canalisées par un organisme choisi en accord avec l'inspection des installations classées, l'exploitant a mandaté l'INERIS pour réaliser la mesure des émissions canalisées in-situ, et comparer aux mesures déjà réalisées par DAIKIN (prélèvements en sacs Tedlar puis analyse par DAIKIN). Il a transmis les conditions de réalisation de ces mesures par mail du 27 juillet 2020 : chromatographie couplée à une spectrométrie masse.

### Concernant les émissions fugitives :

L'exploitant a transmis le 27 juillet 2020 les conditions de réalisation de mesures par un laboratoire extérieur afin de réaliser une campagne « point zéro » des émissions fugitives, à partir d'une identification préalable des points de mesure potentiels sur des schémas PID (presse-étoupe de vannes, brides, garniture de pompes, fin de ligne ouverte par ex), d'un étiquetage de chacun de ces points sur site, et de la réalisation des mesures par analyseur FID portatif (détecteur à ionisation de flamme).

La société prestataire propose ensuite une estimation des émissions avec des facteurs de corrélation, et une traçabilité (notamment liste des points fuyards).

Lors de la proposition par le prestataire, le nombre de points de mesure était estimé à 3500 points.

L'objet de l'inspection du 9 septembre 2020 était de constater les conditions de réalisation de ces mesures sur émissaires canalisés et émissions fugitives et de faire un point sur l'avancement des actions pour respecter l'arrêté de mise en demeure.

## **I – Principaux constats effectués lors de la visite d'inspection**

<b>Constat n°1</b>
<p><u>Mesures en HFP dans les émissions fugitives :</u></p> <p>Nous avons pu échanger avec les deux opérateurs qui venaient de terminer la campagne de mesures. Un seuil de fuite a été défini à 500 ppmv. Sur 3149 points d'émissions fugitives recensés préalablement à la campagne de mesure (sur la base des PID), 2331 points ont pu faire l'objet d'une mesure lors de cette 1ère campagne, les autres points (838 points) étant difficilement accessibles.</p> <p>Sur ces 2331 points de mesure, 15 points présentent une émission en COV supérieure au seuil de 500 ppmv. Des actions correctives ont pu directement être faites sur 5 de ces points de fuite avec nouvelle mesure pour vérifier l'absence de fuite. Il reste 10 fuites pour lesquelles une action corrective immédiate n'est pas possible.</p> <p>La mesure porte sur les COV et le prestataire pourra faire une estimation des flux en HFP sur la base de la connaissance de la proportion des composés à chaque point de mesure (VF2, HFP ou mélange des deux).</p> <p><b>Observation n°1 :</b> Lors de cette campagne, il n'y a pas eu de mesure pour les points difficilement</p>

accessibles. Le prestataire a proposé de faire des estimations de fuite à l'aide d'une caméra infrarouge à la prochaine campagne en 2021. Il paraît effectivement nécessaire d'obtenir des mesures pour les 838 points non mesurés lors de la première campagne, que ce soit par un accès particulier prévu ou, en cas de difficulté technique, par caméra infrarouge.

Conclusion	Référence réglementaire	Délai
<input type="checkbox"/> Pas d'observation	Arrêté ministériel du 2 février 1998 : article 58-III	Prochaine campagne de mesure en 2021
<input type="checkbox"/> Observation		
<input type="checkbox"/> Non conformité		
<input type="checkbox"/> Proposition de mise en demeure		

#### Constat n°2

##### Mesures en HFP dans les émissions canalisées :

Nous avons pu constater les conditions de mesure en cours par l'INERIS, venu sur site avec des équipements de chromatographie et spectrométrie de masse. Nous avons pu échanger avec l'INERIS qui a fait part de la difficulté à trouver une méthode de mesure pour le HFP (pas de méthode normalisée).

L'INERIS a expliqué que sa méthode a une limite de quantification vers 19 ppm, supérieure à la limite de quantification de la méthode de DAIKIN, et supérieure également à la valeur limite de l'arrêté du 2 février 1998 (20 mg/Nm3 soit 3 ppm).

En parallèle des mesures INERIS en ligne, DAIKIN a réalisé des prélèvements ponctuels selon sa méthode (prélèvement en sac Tedlar + analyse) qui lui permettront de comparer ses résultats à la méthode en semi-continu de l'INERIS.

Conclusion	Référence réglementaire	Délai
<input type="checkbox"/> Pas d'observation	Arrêté ministériel du 2 février 1998 : article 27-7-c (valeurs limites), article 58-III (mesure par un laboratoire agréé une fois par an)	/
<input type="checkbox"/> Observation		
<input type="checkbox"/> Non conformité	Article 27-7-c de l'arrêté ministériel du 2 février 1998	
<input type="checkbox"/> Proposition de mise en demeure		

#### Constat n°3

##### Point sur l'avancement des études de traitement des émissions canalisées en HFP :

Un pilote à charbon actif va être testé en novembre 2020 avec 2 types de charbon et des mesures amont / aval du charbon. Une fois le charbon saturé, il sera envoyé au fournisseur qui l'analysera pour vérifier la bonne adsorption de l'HFP sur le charbon et le taux de fluor (paramètre important pour pouvoir régénérer le charbon). Le coût estimé du pilote est de 40 000 €.

En parallèle du pilote, l'exploitant a indiqué qu'une meilleure caractérisation des effluents va être menée afin d'avoir des données fiables pour le dimensionnement du traitement définitif.

Conclusion	Référence réglementaire	Délai
<input type="checkbox"/> Pas d'observation	Arrêté préfectoral de mise en demeure du 5 mai 2020	
<input type="checkbox"/> Observation		
<input type="checkbox"/> Non conformité		
<input type="checkbox"/> Proposition de mise en demeure		

**Suites données par l'inspection**

- Observations ou non conformités à traiter par courrier
- Proposition de suites administratives (APMD, amende administrative, consignation, etc.)
- Proposition de renforcement, modification ou mise à jour des prescriptions
- Autre(s) :

**Synthèse des suites :**

Cette visite a permis de constater les modalités de réalisation des mesures en HFP sur les émissaires canalisées par un laboratoire agréé et pour les émissions fugitives (première campagne de mesure).

Le jour de l'inspection, l'exploitant avait bien avancé sur la mise en œuvre des actions demandées dans l'arrêté de mise en demeure du 5 mai 2020 malgré le contexte épidémique de 2020 :

- échéances sous 3 mois :

- étude de solutions techniques pour réduire les émissions canalisées en dessous de 20 mg/m<sup>3</sup> : étude de faisabilité remise en juillet 2020, puis définition d'essais pilote (charbon actifs) prévus en novembre 2020 pour vérifier l'efficacité et dimensionner une installation définitive de traitement.
- présentation d'une méthodologie pour réaliser une campagne de mesures fugitives : transmise en juillet 2020

- échéance sous 6 mois : bilan d'une campagne de mesure des émissions fugitives : cette campagne était en cours lors de cette inspection.

Le jour de la visite, l'échéance suivante (du 30 novembre 2020) n'était pas dépassée.

<b>Signature de l'inspecteur</b> Les inspectrices de l'environnement	<b>Vérificateur</b>	<b>Approbateur</b> Le chef de l'unité départementale du Rhône
--	---------------------	---