

**Unité départementale
du Havre**
Équipe territoriale

Le Havre, le 10/10/2023

Rapport de l'Inspection des installations classées

Visite d'inspection du 19/09/23

Contexte et constats

Publié sur  **GÉORISQUES**

ORIL INDUSTRIE
13 rue Auguste Desgenetais
76210 BOLBEC

Références : 20230919_VI_ORIL-Baclair_COV

1) Contexte

Le présent rapport rend compte de l'inspection réalisée le 19/09/2023 dans l'établissement ORIL INDUSTRIE implanté zone industrielle de Baclair 76210 BOLBEC. L'inspection a été annoncée le 09/06/2023.. Cette partie « Contexte et constats » est publiée sur le site Géorisques (<https://www.georisques.gouv.fr/>).

Cette visite d'inspection fait suite à l'inspection du 27 juin 2022 (COV) et à l'arrêté préfectoral de mise en demeure du 08 septembre 2022 mettant en demeure la société ORIL Industrie (site de Baclair) de respecter sous 3 mois les dispositions suivantes :

1- article 3.2.4 de l'arrêté préfectoral du 28 avril 2006 modifié du site, en respectant les valeurs limites d'émission, en chlorure de méthylène et pyridine, dans les effluents atmosphériques en sortie de l'installation de traitement des effluents de l'unité GF2

2- article 8.2.1 de l'arrêté préfectoral du 28 avril 2006 modifié du site, en réalisant une mesure en pyridine dans les effluents atmosphériques en sortie de l'installation de traitement des effluents de l'unité GF2

3- article 9.2.1.2 de l'arrêté préfectoral du 28 avril 2006 modifié du site, en installant un filtre à charbon actif en sortie de l'installation de cryocondensation.

Il est à noter que l'arrêté préfectoral du 30 mars 2023 constitue un arrêté préfectoral cadre du site : il a abrogé les dispositions des actes préfectoraux antérieurs qui s'appliquaient au site. Les dispositions réglementaires de l'arrêté préfectoral du 28 avril 2006 et visées par l'arrêté préfectoral de mise en demeure du 08 septembre 2022 ont été reprises dans l'arrêté préfectoral du 30 mars 2023.

Les informations relatives à l'établissement sont les suivantes :

- ORIL INDUSTRIE
- zone industrielle de Baclair 76210 BOLBEC
- Code AIOT : 00058001105
- Régime : Autorisation
- Statut Seveso : Seveso seuil haut
- IED : Oui
- Industrie pharmaceutique

Les thèmes de visite retenus sont les suivants :

- Emissions de Composés Organiques Volatils

2) Constats

2-1) Introduction

Le respect de la réglementation relative aux installations classées pour la protection de l'environnement relève de la responsabilité de l'exploitant. Le contrôle des prescriptions réalisé ne se veut pas exhaustif, mais centré sur les principaux enjeux recensés et à ce titre, ne constitue pas un examen de conformité de l'administration à l'ensemble des dispositions qui sont applicables à l'exploitant. Les constats relevés par l'Inspection des installations classées portent sur les installations dans leur état au moment du contrôle.

À chaque point de contrôle est associée une fiche de constat qui comprend notamment les informations suivantes :

- le nom donné au point de contrôle ;
- la référence réglementaire de la prescription contrôlée ;
- si le point de contrôle est la suite d'un contrôle antérieur, les suites retenues lors de la précédente visite ;
- la prescription contrôlée ;
- à l'issue du contrôle :
 - le constat établi par l'Inspection des installations classées ;
 - les observations éventuelles ;
 - le type de suites proposées (voir ci-dessous) ;
 - le cas échéant la proposition de suites de l'Inspection des installations classées à Monsieur le Préfet ; il peut par exemple s'agir d'une lettre de suite préfectorale, d'une mise en demeure, d'une sanction, d'une levée de suspension...

Il existe trois types de suites :

- « avec suites administratives » : les non-conformités relevées conduisent à transmettre une lettre de suite préfectorale ou à proposer à Monsieur le Préfet, conformément aux articles L.171-7 et L.171-8 du Code de l'environnement, des suites administratives. Dans certains cas, des prescriptions complémentaires peuvent aussi être proposées ;
- « susceptible de suites administratives » : lorsqu'il n'est pas possible en fin d'inspection de statuer sur la conformité, l'exploitant doit transmettre à l'Inspection des installations classées dans un délai court les justificatifs de conformité. Dans le cas contraire, il pourra être proposé à Monsieur le Préfet, conformément aux articles L.171-7 et L.171-8 du Code de l'environnement, des suites administratives ;
- « sans suite administrative ».

2-2) Bilan synthétique des fiches de constats

Les fiches de constats disponibles en partie 2-4 fournissent les informations de façon exhaustive pour chaque point de contrôle. Leur synthèse est la suivante :

Les fiches de constats suivantes ne font pas l'objet de propositions de suites administratives :

N°	Point de contrôle	Référence réglementaire	Si le point de contrôle provient d'une <u>précédente inspection</u> : suite(s) qui avai(ent) été donnée(s)	Autre information
1	Plan de gestion des solvants	Arrêté Ministériel du 02/02/1998, article 28-1	Observations	Sans objet
2	Valeurs limites dans les rejets atmosphériques	Arrêté Préfectoral du 30/03/2023, article 2.2.2.1	Proposition de mise en demeure	Sans objet
3	Prévention des pollutions	Arrêté Préfectoral du 30/03/2023, article Titre 2, article 1.2	Proposition de mise en demeure Faits susceptibles de mise en demeure	Sans objet

N°	Point de contrôle	Référence réglementaire	Si le point de contrôle provient d'une <u>précédente</u> inspection : suite(s) qui avai(ent) été donnée(s)	Autre information
4	COVNM - Valeurs limites d'émission	Arrêté Ministériel du 02/02/1998, article 30, 25°	Observation	Sans objet
5	Dispositions applicables à l'unité GF1	Arrêté Préfectoral du 30/03/2023, article Titre 1, article 1	Fait susceptible de mise en demeure	Sans objet
6	Dispositions applicables à l'unité GF1	Arrêté Préfectoral du 30/03/2023, article Titre 1, article 1	/	Sans objet

2-3) Ce qu'il faut retenir des fiches de constats

Les éléments transmis et présentés par l'exploitant permettent de proposer à monsieur le préfet de la Seine-Maritime de lever l'arrêté préfectoral de mise en demeure du 08 septembre 2022.

L'inspection des installations classées a constaté que l'ensemble du traitement des effluents atmosphériques de l'unité GF2 (colonne de lavage, cryogénie et filtres à charbons actifs) était en fonctionnement lors de l'inspection du 19 septembre 2023 du fait de la fabrication en cours du principe actif utilisant du chlorure de méthylène et de la pyridine.

Des observations sont émises par l'inspection des installations classées auxquelles l'exploitant doit répondre dans les délais précisés pour chaque observation.

2-4) Fiches de constats

N° 1: Plan de gestion des solvants

Référence réglementaire : Arrêté Ministériel du 02/02/1998, article 28-1
Thème(s) : Risques chroniques, Plan de gestion des solvants
Prescription contrôlée : Tout exploitant d'une installation consommant plus d'une tonne de solvants par an met en place un plan de gestion de solvants, mentionnant notamment les entrées et les sorties de solvants de l'installation. Ce plan est tenu à la disposition de l'inspection des installations classées. Si la consommation annuelle de solvant de l'installation est supérieure à 30 tonnes par an, l'exploitant transmet annuellement à l'inspection des installations classées le plan de gestion des solvants et l'informe de ses actions visant à réduire leur consommation.
Constats :
Éléments de l'exploitant : L'inspection des installations classées a reçu le 13 juillet 2023 le Plan de Gestion de Solvants pour le site ORIL Industrie de Baclair, pour l'exercice 2021-2022 (octobre 2021 - septembre 2022). En matière d'activité, sont à noter : 1- Aucune activité de production n'a eu lieu dans l'atelier GF3 depuis mi 2016. Le projet Spot Da-flon (dossier de demande d'autorisation environnementale déposé en 2021 ayant fait l'objet de l'arrêté préfectoral d'autorisation environnementale du 30 mars 2023) entraînera la remise en service de l'activité de chimie dans le bâtiment au début de l'année 2024 2- L'incendie du 10 décembre 2021 qui a eu lieu sur le site ORIL Industrie de BOLBEC. De ce fait, la production sur le site ORIL Industrie de BOLBEC a été réorganisée : en particulier, la production d'un principe actif jusqu'alors réalisée sur le site ORIL Industrie de BOLBEC a été transférée au bâtiment GF2 du site ORIL Industrie de Baclair. Pour l'exercice 2021-2022 (le Plan de Gestion des Solvants est établi sur un exercice comptable, à savoir du 1er octobre au 30 septembre) : - Le plan de production de l'exercice 2021-2022 est en baisse par rapport à celui de l'exercice 2020-2021 : 1741 tonnes de produits finis et intermédiaires pour l'exercice 2021-2022 pour 2143 tonnes pour l'exercice 2020-2021, pour les deux sites d'ORIL Industrie - Environ 10 658 tonnes de solvants (8368 tonnes de solvants pour l'exercice 2020-2021 et 8852 tonnes pour l'exercice 2019-2020) ont été utilisées dans l'usine ORIL Industrie de Baclair - L'exploitant déclare 6,776 t de COV émis (4,609 t pour l'exercice 2020-2021) dont : – 2,220 t de Chlorure de méthylène, solvant halogéné R40 (H351) et Cancérogène, Mutagène et Reprotoxique (CMR) (cf. fiche suivante) – absence d'émissions de COV issues de l'utilisation de la Pyridine, relevant de l'annexe III de l'arrêté ministériel du 02/02/1998 (cf. fiche suivante) Le chapitre 5.5 du Plan de Gestion des Solvants susvisé présente un plan d'actions de réduction des émissions du site. Pour le site de Baclair, les principales sources d'émission de COV sont canalisées et traitées (colonnes de lavage, cryogénie) et, de fait, les émissions de COV sont très basses, malgré le dysfonctionnement de l'installation de cryogénie de l'atelier GF2 lors de l'exercice 2021-2022. Néanmoins, et comme l'exercice passé, le terme O9 (solvants libérés d'une autre manière), bien que négatif, est toujours important et met en évidence les incertitudes rencontrées avec cette méthodologie. O9 correspond au terme d'incertitudes (écart au bilan). Ce terme est aussi appelé « COV non identifiés » dans le plan de gestion des solvants. Ce terme d'incertitude étant négatif (-681,475 t) à l'issue du bilan, l'exploitant l'a considéré comme

nul dans le bilan et il a ajouté les 681,475 t dans les quantités achetées. Ce terme représente 6,4 % des solvants utilisés sur le site de Baclair.

Concernant les solvants régénérés à l'extérieur, le bilan est aujourd'hui réalisé à partir de données du prestataire. L'exploitant propose pour l'exercice suivant de confirmer ces données par des analyses complémentaires.

Concernant les autres mouvements de déchets, l'exploitant propose de mettre en place un suivi formalisé plus fréquent avec les services logistique et environnement pour améliorer la précision des données.

Le point prioritaire reste néanmoins la performance de l'installation de cryogénie de façon à respecter les flux et concentrations réglementaires. Cette performance a été retrouvée lors de l'ajout d'un étage supplémentaire de traitement des COV par filtration au charbon actif. Le montant d'investissement engagé depuis un an s'élève à 870 280 €.

Observations :

Observation n° 1 :

L'exploitant doit prendre en compte les remarques suivantes lors de la prochaine mise à jour de son bilan matière COV :

- Suivi détaillé du plan d'actions de réduction des émissions du site, dont identification de la cause du terme O9
- Fournir le détail des hypothèses entrées dans le logiciel WATER 9
- O4 :
 - Identifier les pertes au niveau des réseaux d'eaux en amont STEP et notamment les fosses GF6, GF2 et le bassin BT300
 - Bassin tampon 2000 m³ : justifier les facteurs d'émission utilisés
 - Fournir les mesures APAVE de mai 2000 et justifier qu'elles sont toujours utilisables.

Type de suites proposées : Sans suite

Proposition de suites : Sans objet

N° 2 : Valeurs limites dans les rejets atmosphériques

<p>Référence réglementaire : Arrêté Préfectoral du 30/03/2023, article 2.2.2.1</p> <p>Thème(s) : Risques chroniques, Émissions de COV en sortie de la cryogénie de l'atelier GF2</p>
<p>Prescription contrôlée :</p> <p>Les rejets issus des installations doivent respecter les valeurs limites suivantes en concentration et en flux [...] :</p> <p>- Conduit n° 8 : Colonne de lavage HFJ91001 puis cryogénie de l'atelier GF2 COV de l'annexe III de l'arrêté ministériel du 02 février 1998 modifié et COV halogénés étiquetés R40 dont le dichlorométhane : 20 mg/Nm³ si le flux horaire maximal de l'ensemble de l'installation est supérieur ou égal à 100 g/h. La valeur limite d'émission ci-dessus se rapporte à la somme massique des différents composés Flux < 200 g/h</p>
<p>Constats :</p>
<p>Contexte : L'exploitant a été mis en demeure, par arrêté préfectoral du 08 septembre 2022, sous 3 mois à compter de la notification de l'arrêté à l'exploitant de respecter les dispositions suivantes : 1- article 3.2.4 de l'arrêté préfectoral du 28 avril 2006 modifié du site, en respectant les valeurs limites d'émission, en chlorure de méthylène et pyridine, dans les effluents atmosphériques en sortie de l'installation de traitement des effluents de l'unité GF2 2- article 8.2.1 de l'arrêté préfectoral du 28 avril 2006 modifié du site, en réalisant une mesure en pyridine dans les effluents atmosphériques en sortie de l'installation de traitement des effluents de l'unité GF2 3- article 9.2.1.2 de l'arrêté préfectoral du 28 avril 2006 modifié du site, en installant un filtre à charbon actif en sortie de l'installation de cryocondensation. Il est à noter que l'arrêté préfectoral du 30 mars 2023 constitue un arrêté préfectoral cadre du site : il a abrogé les dispositions des actes préfectoraux antérieurs qui s'appliquaient au site. Les dispositions réglementaires de l'arrêté préfectoral du 28 avril 2006 et visées par l'arrêté préfectoral de mise en demeure du 08 septembre 2022 ont été reprises dans l'arrêté préfectoral du 30 mars 2023.</p>
<p>Éléments de l'exploitant : Par courrier du 1^{er} août 2023, l'exploitant a précisé que, suite à l'inspection sur la thématique des COV du 27 juin 2022, il a mis à l'arrêt la production du principe actif utilisant du chlorure de méthylène et de la pyridine et engagé plusieurs actions correctives sur l'installation de traitement des COV pour retrouver la performance attendue et ainsi le respect de la réglementation en vigueur. Aussi, lors de l'arrêt technique d'été 2022, avaient été réalisés : - le remplacement du calorifuge - la correction/ajustement de la régulation (adaptation au niveau comportement thermique de l'installation suite au changement du calorifuge). - le test d'intégrité des pare-flammes - le test d'intégrité de l'échangeur azote - le contrôle de l'ensemble des boucles de sécurité - l'étalonnage des différents capteurs (pression, température) - la révision de deux clapets anti-retour - la remise en état d'un détendeur - le changement d'un actionneur. Par plusieurs contrôles des rejets atmosphériques de COV au dernier trimestre 2022, l'exploitant a confirmé l'efficacité de l'installation dont le rendement était calculé à 100 % d'abattage des COV totaux, répondant ainsi à l'exigence de l'arrêté préfectoral d'avril 2006 de 99 % de rendement. Un redémarrage de l'activité de production du principe actif utilisant du chlorure de méthylène et de la pyridine a été réalisé en fin d'année 2022, pour 4 lots. En effet, seul ce redémarrage permettait de vérifier le respect des valeurs limites d'émission en présence de pyridine et de chlorure de méthylène.</p>

La production du principe actif utilisant du chlorure de méthylène et de la pyridine a donc été redémarrée, et des mesures réglementaires de rendement, de pyridine et de chlorure de méthylène dans les rejets ont été réalisés par Bureau Véritas pour confirmer l'efficacité des actions menées depuis l'été 2022. Ces résultats ont confirmé :

- l'amélioration du rendement d'abattage (99 %)
- la diminution du flux en chlorure de méthylène de 75 %
- l'absence de pyridine dans le flux rejeté en sortie de cryocondensation, ainsi qu'en sortie de l'évent de la hotte du conteneur de pyridine.

Cependant, le flux horaire en chlorure de méthylène a été calculé à 1,32 kg/h dépassant la valeur limite d'émission de 200 g/h de l'arrêté préfectoral du 28 avril 2006.

L'exploitant a stoppé la campagne utilisant le chlorure de méthylène sans en relancer de nouvelles. Les nouvelles investigations sur l'installation n'ont révélé aucune anomalie technique, et l'exploitant a réalisé les actions supplémentaires suivantes pour permettre un redémarrage de la fabrication du principe actif utilisant du chlorure de méthylène et de la pyridine à partir de mi-avril (5 lots) :

- Installation d'un nouveau débitmètre en ligne sur l'installation
- Étude et installation d'un étage supplémentaire de traitement des COV par trois filtres à charbons actifs en série, en sortie de l'installation de cryocondensation
- Mesure en continu des COV taux pour les 5 lots de la campagne de production du principe actif utilisant du chlorure de méthylène et de la pyridine par Bureau Veritas
- Mesures réglementaires de la pyridine et du chlorure de méthylène en sortie des 3 filtres à charbons actifs, 1 pendant le premier lot et un pendant le 5^{ème} et dernier lot de la campagne
- Surveillance par les opérateurs de production du bon fonctionnement de l'installation de traitement des COV.

Les résultats obtenus ont été les suivants :

Contrôle des rejets atmosphériques en sortie de l'installation de traitement des COV par charbons actifs	Valeurs limites d'émission	1 ^{er} lot – 5007 ISO Contrôle des 18 et 19 avril 2023	2 ^{ème} lot – 5007 ISO Contrôles des 3 et 4 mai 2023
Rendement (en %)	99	100	100
Flux en chlorure de méthylène (g/h)		0,0108	0,00574
Flux en pyridine (en g/h)	< 200 g/h	0	0

Concentration obtenue en chlorure de méthylène en sortie de traitement : 0,0211 mg/Nm³

Concentration obtenue en pyridine en sortie de traitement : 0 mg/Nm³

L'exploitant a mesuré en parallèle la concentration entre la sortie de la cryocondensation et le 1^{er} étage de charbon actif, les résultats obtenus ont été les suivants :

Contrôle des rejets atmosphériques en sortie de la cryocondensation et le 1 ^{er} étage de charbon actif	Valeurs limites d'émission	1 ^{er} lot – 5007 ISO Contrôle des 18 et 19 avril 2023	2 ^{ème} lot – 5007 ISO Contrôles des 3 et 4 mai 2023
Flux en chlorure de méthylène (g/h)		104	130 (475 mg/Nm ³)
Flux en pyridine (en g/h)	< 200 g/h	0	0,15 (0,706 mg/Nm ³)

Les résultats obtenus sur la campagne d'avril-mai 2023 ont confirmé la nécessité de maintenir le traitement par charbons actifs pour traiter les COV rejetés par la cryocondensation lors des productions utilisant du chlorure de méthylène et de la pyridine.

Analyse de l'inspection des installations classées :

Les éléments transmis et présentés par l'exploitant permettent de proposer à monsieur le préfet de la Seine-Maritime de lever l'arrêté préfectoral de mise en demeure du 08 septembre 2022.

L'inspection des installations classées, a par ailleurs, constaté sur le terrain la présence des filtres à charbon actif en complément de l'unité de cryocondensation.

L'ensemble du traitement des effluents atmosphériques de l'unité GF2 (colonne de lavage, cryogénie et filtres à charbons actifs) était en fonctionnement lors de l'inspection du 19 septembre 2023 du fait de la fabrication en cours du principe actif utilisant du chlorure de méthylène et de la pyridine.

Type de suites proposées : Sans suite

Proposition de suites : Sans objet

N° 3 : Prévention des pollutions

Référence réglementaire : Arrêté Préfectoral du 30/03/2023, Titre 2, article 1.2																
Thème(s) : Risques chroniques, Rejets de COV de l'unité GF2																
Prescription contrôlée :																
L'ensemble des événements des réacteurs, des ballons et des cuves de stockage est connecté au système de traitement des COV. Ce système aura une efficacité d'au moins 99 % et permettra de limiter le flux de COV en sortie de l'unité de traitement à 2 kg/h au maximum. Cette efficacité est vérifiée à une fréquence annuelle.																
Les COV émis sur les lignes LP3 et LP1 sont collectés et envoyés vers une colonne de lavage à la soude puis une installation de cryocondensation (tour cryogénique) et enfin passent par un filtre à charbon actif.																
Les chargements de pyridine et de isobuchlore sont réalisés sous des hottes spécifiques et engendrent deux points de rejets spécifiques qui sont traités par charbons actifs. Les rejets de pyridine sont inférieurs à 20 mg/Nm ³ .																
Constats :																
<u>Éléments de l'exploitant :</u>																
<i>Filtres à charbons actifs :</i> Dans son courrier du 11 octobre 2022, l'exploitant précise que, dès le démarrage de l'installation de cryogénie en 2005, la société Air Liquide (fournisseur de l'installation, qui en avait l'exploitation contractuelle) a été confrontée à des alarmes de température au niveau des filtres à charbon actif. De nombreuses investigations ont été menées en 2005 et en 2006. La société Air Liquide a finalement mis en évidence une incompatibilité entre les effluents gazeux de l'unité GF2 et des éléments en cuivre de leurs filtres, avec surchauffe et combustion lente (transmission de photos dans le courrier susvisé). La société Air Liquide n'a pas été en mesure de soumettre à l'exploitant des alternatives pour maintenir un traitement à charbon actif adéquat au regard de la composition des effluents. L'exploitant a donc retiré ces filtres.																
L'exploitant a installé trois filtres à charbons actifs car les résultats obtenus sur la campagne d'avril-mai 2023 ont confirmé la nécessité d'un traitement par charbons actifs pour traiter les COV rejetés par la cryocondensation lors des productions utilisant du chlorure de méthylène et de la pyridine (cf. point de contrôle n° 2).																
Cependant, pour limiter l'impact économique sur la production, l'exploitant propose, sauf avis contraire, de maintenir les charbons actifs uniquement pendant les campagnes de fabrication du principe actif utilisant du chlorure de méthylène et de la pyridine. En effet, parmi toutes les fabrications de l'atelier GF2, seule la fabrication du principe actif utilisant du chlorure de méthylène et de la pyridine utilise des solvants à phrase de risques nécessitant le respect des valeurs limites d'émission inscrites dans l'arrêté préfectoral. Les autres fabrications utilisent des solvants (isopropanol, acétate d'éthyle, acétone entre autres), COV non concernés par des mentions de dangers ou annexes de l'arrêté ministériel du 02 février 1998 modifié.																
<i>Efficacité de l'installation de traitement des émissions atmosphériques de l'atelier GF2 :</i> Dans son courrier du 21 novembre 2022, l'exploitant a transmis les résultats de la campagne de mesures des émissions de COV (avec pourcentage d'efficacité) utilisant de l'acétate d'éthyle et de l'acetonitrile, des 24 et 25 octobre 2022.																
Les résultats obtenus sont les suivants :																
<table border="1"><thead><tr><th></th><th>Flux entrée laveur</th><th>Flux sortie cryogénie</th><th>% abattage</th></tr></thead><tbody><tr><td>COV totaux</td><td>0,891 kg/h</td><td>0 kg/h</td><td>100,00 %</td></tr><tr><td>Acétate d'éthyle</td><td>-</td><td>0,0684 kg/h</td><td>-</td></tr><tr><td>Acetonitrile</td><td>-</td><td>0,0828 kg/h</td><td>-</td></tr></tbody></table>		Flux entrée laveur	Flux sortie cryogénie	% abattage	COV totaux	0,891 kg/h	0 kg/h	100,00 %	Acétate d'éthyle	-	0,0684 kg/h	-	Acetonitrile	-	0,0828 kg/h	-
	Flux entrée laveur	Flux sortie cryogénie	% abattage													
COV totaux	0,891 kg/h	0 kg/h	100,00 %													
Acétate d'éthyle	-	0,0684 kg/h	-													
Acetonitrile	-	0,0828 kg/h	-													

Postes de chargement :

Les chargements de pyridine et d'isobuchlore sont réalisés sous des hottes spécifiques et engendrent deux points de rejets spécifiques qui sont traités par charbons actifs.

Dans son courrier du 1^{er} août 2023, l'exploitant a transmis le rapport de mesures des émissions atmosphériques de pyridine réalisées en décembre 2022 en aval des filtres à charbons actifs présents sur l'évent du poste de chargement. Les valeurs mesurées sont : 0 kg/h, 0 mg/Nm³.

Suivi des installations de traitement des effluents gazeux de l'unité GF2 :

L'exploitant a défini trois paramètres critiques alarmés (sonore et visuelle) en salle de commande pour s'assurer du bon fonctionnement des installations de traitement des effluents gazeux de l'unité GF2 :

1- Température interne du cryocondenseur en piégeage : température de consigne ≤ 85 °C

Si le paramètre de température n'est pas respecté, les actions à réaliser sont les suivantes :

- Si production utilisant du chlorure de méthylène et de la pyridine :

Arrêt de production, mise en stand-by des équipements, alerte au management

- Si production n'utilisant pas du chlorure de méthylène et de la pyridine : alerte au management.

2- Delta de pression : si > 100 mbars \rightarrow ouverture de la vanne de by pass de la cryogénie vers les filtres à charbons actifs : signe de l'encrassement possible des échangeurs ou d'une fuite en ligne vers l'évent

Si la vanne s'ouvre lors de la production utilisant du chlorure de méthylène et de la pyridine et ne peut pas être refermée : Arrêt de la production et mise en stand by des équipements

3- Delta de pression (valeur de consigne $< - 4$ mbars) au niveau de la colonne de lavage (en amont de la cryogénie) (paramètre process).

Si valeur supérieure : signe de mauvais fonctionnement des ventilateurs.

L'exploitant précise :

- qu'une formation des opérateurs au fonctionnement de l'installation de traitement des effluents gazeux de l'unité GF2 a eu lieu début septembre suite à la fin des travaux de réfection de l'installation de traitement des effluents, terminés fin août 2023

- qu'une procédure relative à la conduite de la cryogénie est en cours de rédaction et sera finalisée fin septembre 2023

- avoir mis en place une fiche présentant les 3 alarmes susvisées et la conduite à tenir en cas d'alarme, à disposition des opérateurs en salle de commande.

La production du principe actif utilisant du chlorure de méthylène et de la pyridine est en cours depuis deux semaines et demi, et des mesures en COV en sortie du filtre à charbons actifs ont été réalisées (Flux moyen en COV totaux : 0,1 g/h, efficacité $> 99,9$ %).

Analyse de l'inspection des installations classées :

Sur le terrain, l'inspection a constaté :

- la mise en place de trois filtres à charbons actifs en série, à proximité de l'installation de cryocondensation

- en salle de commande de l'unité GF2, et plus particulièrement, sur les paramètres de suivi de l'installation de traitement des effluents gazeux :

- l'opérateur a indiqué que le paramètre le plus important à suivre est le delta de pression au niveau de la colonne de lavage alors que l'exploitant indique que le paramètre le plus représentatif du bon fonctionnement de la cryogénie est la température interne du cryocondenseur

- la valeur d'alerte renseignée sur le tableau de conduite présent en salle de commande est de 0,2 bars pour le 2^e paramètre susvisé et non > 100 mbars

- la valeur lue du delta de pression (valeur de consigne $< - 4$ mbars) au niveau de la colonne de lavage était en dépassement (+ 2 mbars) : l'inspection a constaté en consultant l'historique de cette alarme sur ce paramètre que de nombreuses alarmes sont recensées depuis la remise en service de l'unité fin août.

L'exploitant a transmis le diaporama présenté aux opérateurs relatif à l'information sur les modifications de la cryogénie et de son impact sur le pilotage de l'installation. L'inspection note que sur ce diaporama sont présentés les paramètres d'alerte susvisés ainsi que d'autres paramètres d'alerte.

L'exploitant n'a pas pu présenter les comptes-rendus de tests du bon fonctionnement des installations de traitement des effluents gazeux, notamment sur les trois paramètres alarmés visés ci-dessus (alarme paramètre → actions opérateurs).

Observations :

Observation n° 2 :

Concernant sa demande de ne pas utiliser l'étage de traitement des effluents atmosphériques de l'unité GF2 par charbons actifs lors des productions n'utilisant pas de solvants, sources de COV de l'annexe III de l'arrêté ministériel du 02 février 1998 modifié et COV halogénés étiquetés R40 dont le dichlorométhane, l'inspection des installations classées demande à l'exploitant de déposer un dossier de demande de modifications justifiant du respect des dispositions réglementaires en vigueur en matière d'émissions de COV (en tenant compte des éventuels dysfonctionnements des installations de traitement et des actions réalisées en cas de dépassement des paramètres d'alerte).

Dans l'attente de l'arrêté préfectoral actant, le cas échéant, la modification, l'exploitant doit respecter les dispositions réglementaires de l'article 1.2 du Titre 2 de l'arrêté préfectoral cadre du site du 30 mars 2023 : « *Les COV émis sur les lignes LP3 et LP1 sont collectés et envoyés vers une colonne de lavage à la soude puis une installation de cryocondensation (tour cryogénique) et enfin passent par un filtre à charbon actif* ».

Observation n° 3 :

Afin de justifier du bon fonctionnement des installations de traitement des effluents atmosphériques de l'unité GF2, l'exploitant doit fournir, sous 2 mois, à l'inspection des installations classées :

- la liste finalisée des paramètres d'alerte du fonctionnement des installations de traitement des effluents gazeux de l'unité GF2, de leurs valeurs d'alerte, et des actions attendues suite à leur dépassement
- les compte-rendus de tests de bon fonctionnement sur les paramètres alarmés définis (alarme paramètre → actions opérateurs)
- les modalités de calcul des émissions de COV en cas de dysfonctionnement de l'unité de cryogénie pour les productions n'utilisant pas du chlorure de méthylène et de la pyridine (absence d'arrêt de production dans ce cas selon l'exploitant).

Type de suites proposées : Sans suite

Proposition de suites : Sans objet

N° 4 : COVNM – Valeurs limites d'émission

Référence réglementaire : Arrêté Ministériel du 02/02/1998, article 30, 25°
Thème(s) : Risques chroniques, COVNM – Valeurs limites d'émission
Prescription contrôlée :
25° Utilisation de solvants dans la chimie fine pharmaceutique (toute activité de synthèse chimique, fermentation, extraction, formulation et la présentation de produits chimiques finis ainsi que la fabrication des produits semis-finis si elle se déroule sur la même installation. Si sur l'installation une autre activité de chimie fine est exercée, phytosanitaire, vétérinaire, cosmétique, colorants, photographie, notamment, les valeurs limites d'émissions prévues au présent point s'appliquent à l'ensemble des activités de l'installation) : si la consommation de solvants est supérieure à 50 tonnes par an, les dispositions du premier alinéa du a du 7° de l'article 27 sont remplacées par les dispositions suivantes : "La valeur limite d'émission de COV non méthanique dans les rejets canalisés, exprimée en carbone total, est de 20 mg/m ³ . Toutefois, en cas d'utilisation d'une technique permettant la réutilisation du solvant récupéré, la valeur limite d'émission canalisée est portée à 150 mg/m ³ , sauf en cas d'utilisation de composés mentionnés au c du 7° de l'article 27. Le flux annuel des émissions diffuses ne doit pas dépasser 5 % de la quantité de solvants utilisée pour les installations autorisées à compter du 30 décembre 2000 et 15 % pour les installations autorisées avant le 1er janvier 2001. Les valeurs limites d'émission diffuses ne comprennent pas les solvants, vendus avec les préparations ou produits dans un récipient fermé hermétiquement. Les dispositions ci-dessus ne s'appliquent pas si les émissions totales annuelles de COV sont : - pour les installations autorisées à compter du 30 décembre 2000, inférieures ou égales à 5 % de la quantité annuelle totale de solvants utilisés ; - pour les installations autorisées avant le 1er janvier 2001, inférieures ou égales à 15 % de la quantité annuelle totale de solvants utilisés.
Constats :
Éléments de l'exploitant :
Selon les éléments du Plan de Gestion des Solvants de l'exercice 2021-2022 : <ul style="list-style-type: none">- Pour l'ensemble des installations : Les émissions totales de COV représentent 0,06% (soit 6,776 t) de la quantité annuelle totale de solvants mis en œuvre.- Pour les installations autorisées à compter du 30 décembre 2000 : - L'atelier GF3 (autorisé en 2003) a été arrêté à la mi-2016.- Pour l'atelier GF2 (autorisé en 2006) : Émissions totales annuelles de COV = 0,18 % de la quantité annuelle totale de solvants utilisés (< 5%).
Analyse de l'inspection des installations classées :
Le Plan de Gestion de Solvants ne précise pas, pour les installations autorisées avant le 1 ^{er} janvier 2001, le pourcentage d'émissions totales annuelles de COV au regard de la quantité annuelle totale de solvants utilisés (qui doivent être inférieures ou égales à 15 % de la quantité annuelle totale de solvants utilisés selon la prescription susvisée).
Observations :
Observation n° 4 : L'exploitant doit préciser, <u>sous 3 mois</u> , pour l'exercice 2021-2022 et pour les installations autorisées avant le 1 ^{er} janvier 2001, le pourcentage d'émissions totales annuelles de COV au regard de la quantité annuelle totale de solvants utilisés et intégrer cette donnée pour les prochains Plans de Gestion des Solvants.
Type de suites proposées : Sans suite
Proposition de suites : Sans objet

N° 5 : Dispositions applicables à l'unité GF1

Référence réglementaire : Arrêté Préfectoral du 30/03/2023, Titre 1, article 1																								
Thème(s) : Risques chroniques, Émissions des COV de l'unité GF1																								
Prescription contrôlée : Les COV émis dans l'atelier de production sont collectés et traités dans deux colonnes de lavage. Ce dispositif a un rendement d'abattage d'au moins 90 % pour les composés acides (anhydride et acide acétique). La fréquence de mesure du rendement d'abattage des COVt et des composés acides est annuelle.																								
Constats : <u>Éléments de l'exploitant :</u> Dans son courrier du 1 ^{er} décembre 2022, l'exploitant a transmis le rapport de mesures de septembre 2022 des effluents atmosphériques en sortie de la colonne de lavage CL52 et de la colonne de lavage J601 de l'atelier GF1 (la colonne CL52 traitant les effluents gazeux acides de l'atelier). Les résultats obtenus sont les suivants :																								
<table border="1"><thead><tr><th></th><th>Mesure Aval Colonne J601</th><th>Mesure amont Colonne CL52</th><th>Mesure Aval Colonne CL52</th><th>Rendement (%) colonne CL52</th></tr></thead><tbody><tr><td>COV totaux en mg/Nm³ sec</td><td>6,96</td><td>65,2</td><td>2,71</td><td rowspan="2">95,8</td></tr><tr><td>COV totaux en kg/h</td><td>0,00466</td><td>0,14</td><td>0,00591</td></tr><tr><td>Anhydride acétique en kg/h</td><td>/</td><td>-</td><td>0</td><td>100</td></tr><tr><td>Acide acétique en kg/h</td><td>/</td><td>-</td><td>0</td><td>100</td></tr></tbody></table>		Mesure Aval Colonne J601	Mesure amont Colonne CL52	Mesure Aval Colonne CL52	Rendement (%) colonne CL52	COV totaux en mg/Nm ³ sec	6,96	65,2	2,71	95,8	COV totaux en kg/h	0,00466	0,14	0,00591	Anhydride acétique en kg/h	/	-	0	100	Acide acétique en kg/h	/	-	0	100
	Mesure Aval Colonne J601	Mesure amont Colonne CL52	Mesure Aval Colonne CL52	Rendement (%) colonne CL52																				
COV totaux en mg/Nm ³ sec	6,96	65,2	2,71	95,8																				
COV totaux en kg/h	0,00466	0,14	0,00591																					
Anhydride acétique en kg/h	/	-	0	100																				
Acide acétique en kg/h	/	-	0	100																				
L'exploitant précise que la fréquence de la mesure du rendement d'abattage des COVt et de la mesure de l'anhydride acétique et de l'acide acétique (sur la colonne CL52) sera annuelle.																								
Type de suites proposées : Sans suite																								
Proposition de suites : Sans objet																								

N° 6 : Dispositions applicables à l'unité GF1

Référence réglementaire : Arrêté Préfectoral du 30/03/2023, Titre 1, article 1															
Thème(s) : Risques chroniques, Émissions des COV de l'unité GF1															
Prescription contrôlée : Les rejets atmosphériques issus de l'émissaire des colonnes de lavage de l'atelier GF1 font l'objet d'une surveillance par un organisme agréé des teneurs en morpholine, selon les normes en vigueur. La fréquence de mesure est semestrielle et les résultats sont tenus à la disposition de l'inspection des installations classées															
Constats : <u>Éléments de l'exploitant :</u> La colonne d'abattage à l'eau pour les effluents gazeux en morpholine de l'atelier GF1 est la colonne J601. Par courrier du 20 mars 2023, l'exploitant a transmis à l'inspection des installations classées les résultats des mesures semestrielles en morpholine dans les effluents atmosphériques de l'unité GF1 depuis décembre 2021. Les résultats obtenus sont les suivants :															
<table border="1"><thead><tr><th>Date du contrôle</th><th>Résultats colonne J601</th><th>Résultats colonne CL52</th></tr></thead><tbody><tr><td>18/10/21</td><td>< 0,348 mg/Nm³</td><td>< 0,334 mg/Nm³</td></tr><tr><td>04/05/22</td><td>0,0196 mg/Nm³</td><td>0,00018 mg/Nm³</td></tr><tr><td>28/09/22</td><td>4,23 mg/Nm³</td><td>0,16 mg/Nm³</td></tr><tr><td>06/02/23</td><td>15,3 mg/Nm³</td><td>Non détectée</td></tr></tbody></table>	Date du contrôle	Résultats colonne J601	Résultats colonne CL52	18/10/21	< 0,348 mg/Nm ³	< 0,334 mg/Nm ³	04/05/22	0,0196 mg/Nm ³	0,00018 mg/Nm ³	28/09/22	4,23 mg/Nm ³	0,16 mg/Nm ³	06/02/23	15,3 mg/Nm ³	Non détectée
Date du contrôle	Résultats colonne J601	Résultats colonne CL52													
18/10/21	< 0,348 mg/Nm ³	< 0,334 mg/Nm ³													
04/05/22	0,0196 mg/Nm ³	0,00018 mg/Nm ³													
28/09/22	4,23 mg/Nm ³	0,16 mg/Nm ³													
06/02/23	15,3 mg/Nm ³	Non détectée													
L'exploitant précise que les prochaines mesures sont programmées les 16 et 17 octobre 2023.															
Observation : <u>Observation n° 5 :</u> L'exploitant doit justifier, <u>sous 3 mois</u> , de l'augmentation significative de la concentration en morpholine mesurée dans les effluents atmosphériques de la colonne J601.															
Type de suites proposées : Sans suite															
Proposition de suites : Sans objet															