



**PRÉFET  
DE LA SEINE-  
MARITIME**

*Liberté  
Égalité  
Fraternité*

**Direction régionale de l'environnement,  
de l'aménagement et du logement  
de Normandie**

**Unité départementale  
du Havre**  
Équipe territoriale

Le Havre, le 29/07/2022

## **Rapport de l'Inspection des installations classées**

Visite d'inspection du 27/06/2022

### **Contexte et constats**

Publié sur **GÉORISQUES**

**ORIL INDUSTRIE**

13 Rue Auguste Desgenétais

76210 BOLBEC

Références : 20220627\_VI\_ORIL\_Baclair\_COV

#### **1) Contexte**

Le présent rapport rend compte de l'inspection réalisée le 27/06/2022 dans l'établissement ORIL INDUSTRIE implanté zone industrielle de Baclair 76210 BOLBEC. Cette partie « Contexte et constats » est publiée sur le site Géorisques (<https://www.georisques.gouv.fr/>).

L'inspection a été annoncée par courrier électronique à l'exploitant le 14/03/2022.

Cette visite avait pour objet de vérifier l'application de certaines prescriptions réglementaires applicables au site sur la thématique des Composés Organiques Volatils (COV).

#### **Les informations relatives à l'établissement sont les suivantes :**

- ORIL INDUSTRIE
- zone industrielle de Baclair 76210 BOLBEC
- Code AIOT dans GUN : 000581105
- Régime : Autorisation
- Statut Seveso : Seveso seuil bas
- IED - MTD
- Activité : Fabrication de principes actifs pharmaceutiques

#### **Les thèmes de visite retenus sont les suivants :**

- Emissions de Composés Organiques Volatils (COV)

## 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 font l'objet d'une proposition de suites administratives :**

Nom du 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)	Proposition de suites de l'inspection des installations classées à l'issue de l'inspection (1)
Autosurveillance des émissions atmosphériques	Arrêté Préfectoral du 28/04/2006, article 8.2.1	/	Mise en demeure, respect de prescription
Prévention des pollutions	Arrêté Préfectoral du 28/04/2006, article 9.2.1.2	/	Mise en demeure, respect de prescription
Valeurs limites dans les rejets atmosphériques	Arrêté Préfectoral du 28/04/2006, article 3.2.4	/	Mise en demeure, respect de prescription

(1) s'applique à compter de la date de la notification de l'acte ou de la date de la lettre de suite préfectorale

**Les fiches de constats suivantes sont susceptibles de faire l'objet de propositions de suites administratives :**

Nom du 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
Prévention des pollutions	Arrêté Préfectoral du 28/04/2006, article 9.1.1	/	Sans objet
Prévention des pollutions	Arrêté Préfectoral du 28/04/2006, article 9.2.1.2	/	Mise en demeure, respect de prescription (cf. supra)

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

Nom du 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
Plan de gestion des solvants	Arrêté Ministériel du 02/02/1998, article 28-1	/	Sans objet
Déclaration d'un incident/accident	Code de l'environnement, article R. 512-69	/	Sans objet
Surveillance des émissions de COV	Arrêté Ministériel du 02/02/1998, article 59 – 7°	/	Sans objet
COVNM – Valeurs limites d'émissions	Arrêté Ministériel du 02/02/1998, article 30, 25°	/	Sans objet

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

L'inspection des installations classées propose à Monsieur le préfet de Seine-Maritime de mettre en demeure l'exploitant de respecter sous 3 mois :

- les valeurs limites d'émission fixées à l'article 3.2.4 de l'arrêté préfectoral du 28 avril 2006 modifié du site (Pyridine et Dichlorométhane) ;
- l'article 8.2.1 de l'arrêté préfectoral du 28 avril 2006 modifié du site en réalisant une mesure en Pyridine ;
- l'article 9.2.1.2 susvisé de l'arrêté préfectoral du 28 avril 2006 modifié du site (filtre à charbon actif / mesure en Pyridine au niveau du poste de chargement).

### 2-4) Fiches de constats



**Nom du point de contrôle :** Plan de gestion des solvants



<b>Référence réglementaire :</b> Arrêté Ministériel du 02/02/1998, article 28-1
<b>Thème(s) :</b> Risques chroniques, Plan de gestion des solvants
<p><b>Prescription contrôlée :</b></p> <p>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.</p> <p>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.</p>
<p><b>Constats :</b></p> <p><u>Éléments de l'exploitant :</u></p> <p>L'entreprise ORIL Industrie produit annuellement environ 200 produits finis et intermédiaires, dont une vingtaine de principes actifs à usage pharmaceutique. L'obtention de ces produits finis peut nécessiter plusieurs opérations successives de fabrication (produits intermédiaires). La spécificité de ce type d'activité est une production discontinue, par lot (ou batch).</p> <p>Le site ORIL Industrie de BACLAIIR se dissocie en deux entités principales :</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- Production</li> <li>- Magasins.</li> </ul> <p>Le site est composé de trois ateliers de production :</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- L'atelier GF1 (HB) : Son activité est la production d'un principe actif pharmaceutique. Sa capacité de production est de 1200 t/an ;</li> <li>- L'atelier GF2 (HF) : Son activité est la production de trois principes actifs pharmaceutiques. Sa capacité de production est de 400 t/an ;</li> <li>- L'atelier GF3 (HK) : La production dans ce bâtiment a été arrêtée en 2016. L'exploitation de cette unité fait l'objet d'une demande d'autorisation environnementale actuellement en cours d'instruction.</li> </ul> <p>En chimie fine pharmaceutique, les ateliers de production sont généralement polyvalents, en raison de la diversité des produits fabriqués. Aussi :</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- le nombre de solvants utilisés simultanément dans le même atelier peut être élevé ;</li> <li>- différents solvants peuvent être utilisés pour un même équipement ;</li> <li>- les caractéristiques des rejets d'un atelier peuvent varier d'un jour à l'autre.</li> </ul> <p>Le site dispose de 4 installations de traitement de rejets canalisés de COV :</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- Deux colonnes de lavage du GF1 : <ul style="list-style-type: none"> <li>– Colonne J601 (essentiellement, effluents morpholinés) ;</li> <li>– Colonne CL52 (acide acétique, anhydride acétique, morpholine, acétate de méthyle).</li> </ul> </li> <li>- Colonne de lavage puis tour de condensation cryogénique du GF2 (isopropanol, acétate d'éthyle, acétone, chlorure de méthylène, acétonitrile et pyridine).</li> </ul> <p>Le Plan de Gestion des Solvants (PGS) du site ORIL Industrie de BACLAIIR a été reçu le 17/06/22.</p> <p>Pour l'exercice 2020-2021 (le Plan de Gestion des Solvants est établi sur un exercice comptable, à savoir du 1er octobre au 30 septembre) :</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- La production annuelle totale de produits finis est d'environ 2143 tonnes pour les 2 sites d'ORIL Industrie. Pour cela, 2000 tonnes de produits intermédiaires sont fabriquées sur le site de BACLAIIR ;</li> <li>- Environ 8368 tonnes de solvants (8852 tonnes pour l'exercice 2019-2020) de solvants ont été utilisées dans l'usine ORIL Industrie de BACLAIIR ;</li> <li>- L'exploitant déclare 4,609 t de COV émis dont : <ul style="list-style-type: none"> <li>– 0.0196 t de Chlorure de Méthylène, solvant R40 halogéné (H351), Cancérigène (CMR) (cf. fiche suivante) ;</li> <li>– 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).</li> </ul> </li> </ul> <p>Le chapitre 5.6 du Plan de Gestion des Solvants susvisé présente un plan d'action de réduction des émissions.</p> <p>Les principales sources d'émission de COV sont canalisées et traitées (colonnes de lavage, cryogénie, méthanisation, oxydation) et, de fait, les émissions de COV sont très basses. Cependant, le terme O9 (Solvants libérés d'une autre manière) correspondant au terme d'incertitudes (-668 t) étant plus élevé que les années précédentes, l'exploitant essaie d'en</p>

identifier la cause (commun avec le site de BOLBEC). Les 668 t ont été ajoutées aux quantités achetées. Ce terme représente 7 % des solvants utilisés sur le site de BACLAIR.

**Observations :**

L'exploitant intègre dans son Plan de Gestion des Solvants à la fois les solvants et également les réactifs, ce qui est une bonne méthode pour comptabiliser l'ensemble des COV émis. Il s'agit donc d'un bilan matière COV global site.

**Observation n° 1 :**

**Les futures mises à jour de ce bilan matière précisera pour chaque COV s'il s'agit d'un solvant et/ou d'un réactif.**

**Observation n° 2 :**

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

- Global : fournir le détail des calculs en annexe
- Fournir le détail des hypothèses entrées dans le logiciel WATER 9
- Compléter le schéma de flux global par des schémas de flux plus précis par secteurs et par COV
- 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 m<sup>3</sup> : justifier les facteurs d'émissions utilisés
  - \* Fournir les mesures APAVE de mai 2000 et justifier qu'elles sont toujours utilisables
- O9 : Détailler les modalités de calcul.

**Type de suites proposées : Sans suite**

**Nom du point de contrôle :** Valeurs limites dans les rejets atmosphériques



<b>Référence réglementaire :</b> Arrêté Préfectoral du 28/04/2006, article 3.2.4
<b>Thème(s) :</b> Risques chroniques, Emissions de COV
<p><b>Prescription contrôlée :</b></p> <p>Les rejets issus des installations doivent respecter les valeurs limites suivantes en concentration [...] :</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- Conduit n° 3 : 20 mg/Nm<sup>3</sup> pour les COV de l'annexe III de l'arrêté intégré du 02/02/1998 modifié et COV halogénés étiquetés R40 dont le dichlorométhane</li> </ul> <p>Les rejets en COV visés à l'annexe III de l'arrêté ministériel du 02 février 1998 modifié et en COV halogénés étiquetés R40 ne dépassent pas 200 g/h.</p>
<p><b>Constats :</b></p> <p><u>Éléments de l'exploitant :</u></p> <p>Selon les éléments présentés dans les Plans de Gestion des Solvants des exercices 2019-2020 et 2020-2021, le site utilise :</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- un solvant halogéné étiqueté R40 : le Chlorure de méthylène (Dichlorométhane) qui est à l'origine d'émissions canalisées et qui présente la mention de dangers H351 ;</li> <li>- de la Pyridine (réactif) qui relève de l'annexe III de l'arrêté ministériel intégré du 02/02/1998 modifié.</li> </ul> <p>Le Chlorure de méthylène et la Pyridine sont utilisés dans l'unité GF2 pour une synthèse d'un principe actif pharmaceutique.</p> <p>Cet unité GF2 (lignes de production n° 1 et 3) est équipé d'une colonne de lavage à la soude et d'une installation de condensation cryogénique. Toutes les émissions générées par ces lignes de production sont canalisées vers l'installation et piégées (rendement &gt; 90%).</p> <p>Le calcul des émissions canalisées en Chlorure de méthylène est réalisé à partir de la mesure annuelle des rejets atmosphériques.</p> <p><u>Chlorure de méthylène :</u></p> <p>Émissions de COV : Exercice 2020-2021 = 0,0196 t (pour une quantité utilisée de 414,087 t) ; Exercice 2019-2020 = 0,0355 t (pour une quantité utilisée de 376,19 t).</p> <p>Le nombre d'opérations utilisant du Dichlorométhane (et de la Pyridine) est le suivant (fabrication d'un principe actif) :</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- En 2020 : 14 opérations</li> <li>- En 2021 : 19 opérations</li> <li>- En 2022 : 6 opérations au premier semestre, opérations prévisionnelles en octobre 2022.</li> </ul> <p>L'exploitant a présenté les trois derniers rapports de mesures annuelles en COVt et Dichlorométhane (réalisées par Bureau Veritas), en sortie de l'installation de condensation cryogénique du GF2.</p> <p>Les résultats sont les suivants :</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- Mesure du 23/06/20 : <ul style="list-style-type: none"> <li>-- Dichlorométhane : 711 mg/Nm<sup>3</sup> exprimé en CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> sur gaz sec, 0.0187 kg/h (pas de mesure de COVt) ;</li> </ul> </li> <li>- Mesure du 29/06/21 : <ul style="list-style-type: none"> <li>-- Dichlorométhane : 536 mg/Nm<sup>3</sup> exprimé en CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> sur gaz sec, 0.0143 kg/h</li> <li>-- COVt : 549 mg/Nm<sup>3</sup> exprimé en C sur gaz sec, 0.0146 kg/h</li> </ul> </li> <li>- Mesure du 05/05/22 : <ul style="list-style-type: none"> <li>-- Dichlorométhane : <b>50 300 mg/Nm<sup>3</sup></b> exprimé en CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> sur gaz sec, <b>4.85 kg/h</b></li> <li>-- COVNM : 6200 mg/Nm<sup>3</sup> exprimé en C sur gaz sec, 0.598 kg/h.</li> </ul> </li> </ul> <p><u>Pyridine :</u></p> <p>Aucune mesure en Pyridine n'a été réalisée en sortie de l'installation de condensation cryogénique.</p> <p>L'exploitant précise qu'un incident s'est produit lors de la mesure du 05/05/22 (blocage d'une vanne d'arrivée d'azote liquide empêchant le refroidissement du cryocondenseur et donc le piégeage des COV). Une intervention est prévue le 30/06/22 pour la réparer (demande de service 106 73 92).</p> <p>Selon les opérateurs rencontrés en salle de commande du GF2 :</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- Les installations de cryocondensation comprennent deux condenseurs fonctionnant en parallèle</li> </ul>



l'un après l'autre (un en régénération, un en piégeage, successivement toutes les 10 heures) et comportant chacun 2 vannes d'admission d'azote liquide ;

- Plus la température de cryocondensation est faible, plus les émissions en COV sont importantes après traitement ;
- La vanne d'arrivée d'azote liquide (qui assure le refroidissement) sur l'un des deux condenseurs (échangeur n° 2) est régulièrement en défaut ;
- Les 4 vannes ont été changées en 2021 vu qu'elles présentent des dysfonctionnements réguliers mais l'exploitant n'arrive pas à trouver une solution pérenne pour assurer le bon fonctionnement de ces vannes même en les remplaçant ;
- Des défauts réguliers de ces vannes sont observés depuis au moins deux années empêchant le traitement continu des COV par le dispositif de cryocondensation ;
- Le défaut de température du cryocondenseur génère une alarme sonore et visuelle en salle de commande ;
- La valeur mesurée le 05/05/22 correspond à une absence de traitement des COV.

Par message électronique du 25/07/2022, l'exploitant a apporté les éléments complémentaires suivants :

Plusieurs opérations ont déjà été réalisées sur l'unité cryogénique de traitement des COV, mais n'ont pas apporté entière satisfaction quant au bon fonctionnement et à la performance de l'installation.

Suite aux derniers dysfonctionnements de l'installation de cryogénie du site de BACLAIR, l'unité a été mise à l'arrêt ces dernières semaines, et les investigations ont confirmé que :

- Un mauvais montage d'une vanne d'azote liquide a conduit à un résultat non conforme en Chlorure de méthylène lors du dernier contrôle réglementaire ;
- Un manque de calorifugeage perturbe la mise en en froid des gaz et peut être aussi le fonctionnement des vannes (mouvement plus long, blocage dû à la présence de gel) ;
- Les défauts automatisme identifiés méritent de pousser les investigations avant d'intervenir dans les systèmes de contrôle-commande de la cryogénie.

L'exploitant a déjà mené les actions suivantes :

- Re-sensibilisation des équipes de maintenance sur le montage des vannes azote ;
- Création d'une équipe projet multi-métiers pour l'amélioration de l'unité cryogénique ;
- Commande de calorifuge en urgence puis mise en place avant la semaine 33 ;
- Vérifications et réglages Automatisme de la cryogénie avec les experts du site, à partir du 26/07.

Une seule fabrication au GF2 utilise et rejette vers la cryogénie du Chlorure de méthylène. La prochaine campagne de cette fabrication n'aura pas lieu avant le mois d'octobre. Ces premières modifications permettront de redémarrer l'unité cryogénique à partir de la Semaine 33. À noter que les fabrications programmées au redémarrage de l'atelier n'utilisent pas de COV à phrases de risques cités dans l'arrêté ministériel du 02/02/1998 modifié. En fonction du retour d'expérience, l'exploitant évaluera la nécessité d'apporter de nouveaux réglages.

Des mesures de COV en sortie de cryogénie pourront conforter l'efficacité des modifications avant d'envisager un redémarrage de la fabrication utilisant le Chlorure méthylène.

#### Constats de l'inspection :

Les éléments mentionnés par l'exploitant dans son message électronique du 25/07/22 sur les causes du dysfonctionnement de l'installation cryogénique (et le plan d'actions associé présenté suite à la visite) sont différents de ceux présentés lors de la visite du 27/06/22 par les opérateurs.

Dans l'historique des événements en salle de commande est mentionné un défaut de la température interne du cryocondenseur le 05/05/22 entre 09h37 et 09h46.

L'exploitant n'a pas pu présenter l'historique du défaut sur une période plus large, malgré la demande de l'inspection lors de la visite du 27/06/22.

Bien que non retranscrite dans l'article susvisé, l'inspection considère que la valeur limite d'émission en concentration de 20 mg/Nm<sup>3</sup> est applicable si le flux horaire maximal est supérieur ou égal à 100 g/h (cf. article 27-7° b) et c) de l'arrêté ministériel du 02 février 1998 modifié). L'arrêté sera mis à jour dans le cadre du projet de prescriptions associé la demande d'autorisation environnementale en cours d'instruction. Aussi, l'inspection relève une **non-conformité réglementaire sur la mesure du 05/05/22** (non respect de la concentration de 20 mg/Nm<sup>3</sup> avec un flux horaire supérieur ou égale à 100 g/h et non respect du seuil en flux horaire de 200 g/h)

**Proposition de mise en demeure n° 1 :**

L'exploitant doit respecter, sous 3 mois, les valeurs limites d'émission en concentration (si flux total > 100g/h) et en flux (< 200g/h) fixées à l'article 3.2.4 de l'arrêté préfectoral du 28 avril 2006 modifié du site pour la somme des émissions de Pyridine et de Dichlorométhane.

**Type de suites proposées :** Avec suites

**Proposition de suites :** Mise en demeure, respect de prescription



**Nom du point de contrôle : Déclaration d'un incident/accident**

<b>Référence réglementaire :</b> Article R. 512-69 du Code de l'environnement
<b>Thème(s) :</b> Risques accidentels
<b>Prescription contrôlée :</b> <p>L'exploitant d'une installation soumise à autorisation ou à déclaration est tenu de déclarer, dans les meilleurs délais, à l'inspection des installations classées les accidents ou incidents survenus du fait du fonctionnement de cette installation qui sont de nature à porter atteinte aux intérêts mentionnés à l'article L. 511-1.</p> <p>Un rapport d'accident ou, sur demande de l'inspection des installations classées, un rapport d'incident est transmis par l'exploitant à l'inspection des installations classées. Il précise, notamment, les circonstances et les causes de l'accident ou de l'incident, les effets sur les personnes et l'environnement, les mesures prises ou envisagées pour éviter un accident ou un incident similaire et pour en pallier les effets à moyen ou à long terme.</p>
<b>Constats :</b> <p>L'exploitant aurait dû informer l'inspection des installations classées du dysfonctionnement de l'installation de cryocondensation du site, dont l'objet est notamment de traiter de COV (Chlorure de méthylène) à mention de danger H351 (Cancérogènes) et de COV visés à l'annexe III de l'arrêté ministériel du 02/02/1998 modifié (Pyridine).</p>
<b>Observations :</b>  <p><b>Observation n° 3 :</b> <u>L'exploitant doit transmettre à l'inspection sous 1 mois à l'issue de la première production de l'atelier GF2 prévue à l'issue de l'arrêt technique annuel, un rapport d'incident mentionnant les éléments demandés à l'article R. 512-69 du Code de l'environnement susvisé.</u> Notamment, devront être précisés :</p> <ul style="list-style-type: none"><li>- l'historique du dysfonctionnement ;</li><li>- la qualification et la quantification des émissions de COV incidentelles, et la mise à jour des Plans de Gestion des Solvants concernés pour tenir compte des phases de dysfonctionnement ;</li><li>- les causes du dysfonctionnement ;</li><li>- les preuves formalisées de mise en œuvre des actions correctives nécessaires à la résolution du dysfonctionnement avant la fabrication susvisée (dont montage correct de la vanne d'azote liquide et ajout de calorifugeage, le cas échéant) ;</li><li>- les effets sur les personnes et l'environnement ;</li><li>- les résultats des mesures en COV en sortie de l'installation de cryogénie réalisées lors du redémarrage susvisé ;</li><li>- un justificatif de bon fonctionnement de la cryocondensation lors de cette opération de fabrication ;</li><li>- les mesures prises ou envisagées pour éviter un incident similaire et pour en pallier les effets à moyen ou à long terme (avec les preuves de réalisation).</li></ul> <p>La justification du retour à la situation normale devra comprendre plusieurs mesures de COV lors de la fabrication susvisée (nécessité de mesures lors du fonctionnement de chacun des deux condenseurs de l'installation de cryocondensation) et la justification d'absence de défaut sur l'installation de traitement des effluents de l'unité GF2.</p> <p><b>Observation n° 4 :</b> Lors de la prochaine campagne prévue en octobre 2022 de fabrication du principe actif pharmaceutique utilisant de la Pyridine et du Chlorure de méthylène, un justificatif de bon fonctionnement de la cryocondensation lors de ces opérations de fabrication est à transmettre à l'inspection.</p>
<b>Type de suites proposées :</b> Sans suite



<b>Référence réglementaire :</b> Arrêté Ministériel du 02/02/1998, article 30, 25°
<b>Thème(s) :</b> Risques chroniques, COVNM – Valeurs limites d'émissions
<p><b>Prescription contrôlée :</b></p> <p>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 :</p> <p>"La valeur limite d'émission de COV non méthanique dans les rejets canalisés, exprimée en carbone total, est de 20 mg/m<sup>3</sup>. 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<sup>3</sup>, sauf en cas d'utilisation de composés mentionnés au c du 7° de l'article 27.</p> <p>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 :</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- pour les installations autorisées à compter du 30 décembre 2000, inférieures ou égales à 5 % de la quantité annuelle totale de solvants utilisés ;</li> <li>- pour les installations autorisées avant le 1er janvier 2001, inférieures ou égales à 15 % de la quantité annuelle totale de solvants utilisés." </li></ul>
<p><b>Constats :</b></p> <p><u>Éléments de l'exploitant :</u></p> <p>Selon les éléments du Plan de Gestion des Solvants de l'exercice 2020-2021 :</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- Pour l'ensemble des installations : Les émissions totales annuelles de COV sont inférieures ou égales à 15 % de la quantité annuelle totale de solvants utilisés : Les émissions totales de COV représentent 0,04 % (soit 4,609 t) de la quantité annuelle totale de solvants mis en œuvre.</li> <li>- Pour les installations autorisées à compter du 30 décembre 2000 : - L'atelier GF3 (autorisé en 2003) a été arrêté à la mi-2016.</li> <li>- Pour l'atelier GF2 (autorisé en 2006) : Émissions totales annuelles de COV = 0,001% de la quantité annuelle totale de solvants utilisés (&lt; 5%).</li> </ul>
<p><b>Observations :</b></p> <p><u>Observation n° 5 :</u> L'exploitant doit préciser, <u>dans la prochaine mise à jour du Plan de Gestion des Solvants du site</u>, pour les installations autorisées avant le 1er janvier 2001, le pourcentage d'émissions totales annuelles de COV au regard de la quantité annuelle totale de solvants utilisés.</p>
<b>Type de suites proposées :</b> Sans suite



<b>Référence réglementaire :</b> Arrêté Ministériel du 02/02/1998, article 59 – 7°
<b>Thème(s) :</b> Risques chroniques, Surveillance des émissions de COV
<p><b>Prescription contrôlée :</b></p> <p>Lorsque les rejets de polluant à l'atmosphère autorisés dépassent les seuils ci-dessous, l'exploitant doit réaliser dans les conditions prévues à l'article 58 une mesure en permanence du débit du rejet correspondant ainsi que les mesures ci-après. Dans le cas où les émissions diffuses représentent une part notable des flux autorisés, ces émissions sont évaluées périodiquement.</p> <p>7° Composés organiques volatils :</p> <p>La surveillance en permanence des émissions de l'ensemble des COV, à l'exclusion du méthane, est réalisée si, sur l'ensemble de l'installation, l'une des conditions suivantes est remplie :</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- le flux horaire maximal de COV, à l'exclusion du méthane exprimé en carbone total, dépasse :</li> <li>- 15 kg/h dans le cas général ;</li> <li>- 10 kg/h si un équipement d'épuration des gaz chargés en COV est nécessaire pour respecter les valeurs limites d'émission canalisées ;</li> <li>- le flux horaire maximal de COV à l'exclusion du méthane, visés à l'annexe III, ou présentant une mention de danger H340, H350, H350i, H360D ou H360F ou une phase de risque R 45, R 46, R 49, R 60 ou R 61, ou les composés halogénés présentant une mention de danger H341 ou H351 ou étiquetés R40 ou R68, dépasse 2 kg/h (exprimé en somme des composés).</li> </ul> <p>Toutefois, cette surveillance en permanence peut être remplacée par le suivi d'un paramètre représentatif, corrélé aux émissions. Cette corrélation devra être confirmée périodiquement par une mesure des émissions.</p> <p>Dans les autres cas, des prélèvements instantanés sont réalisés.</p> <p>Dans le cas où le flux horaire de COV visés dans le tableau de l'annexe III ou présentant des mentions de danger H340, H350, H350i, H360D ou H360F ou des phases de risque R 45, R 46, R 49, R 60 ou R 61 ou les composés halogénés présentant des mentions de danger H341 ou H351 ou étiquetés R40 ou R68 dépasse 2 kg/h sur l'ensemble de l'installation, des mesures périodiques de chacun des COV présents seront effectuées afin d'établir une corrélation entre la mesure de l'ensemble des COV non méthaniques et les espèces effectivement présentes.</p> <p>Lorsque l'installation est équipée d'un oxydateur, la conformité aux valeurs limites d'émissions en NOx, méthane et CO prévues au a du point 7 de l'article 27 doit être vérifiée une fois par an, en marche continue et stable.</p>
<p><b>Constats :</b></p> <p>L'exploitant a présenté les 3 derniers rapports de mesures annuelles en COVt et Dichlorométhane (réalisées par Bureau Veritas), en sortie de l'installation de condensation cryogénique du GF2.</p> <p>Les résultats sont les suivants :</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- Mesure du 23/06/20 : <ul style="list-style-type: none"> <li>-- Dichlorométhane : 0.0187 kg/h (pas de mesure de COVt) ;</li> </ul> </li> <li>- Mesure du 29/06/21 : <ul style="list-style-type: none"> <li>-- Dichlorométhane : 0.0143 kg/h</li> <li>-- COVt : 0.0146 kg/h</li> </ul> </li> <li>- Mesure du 05/05/22 (situation incidentelle) : <ul style="list-style-type: none"> <li>-- Dichlorométhane : 50 300 mg/Nm<sup>3</sup> exprimé en CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> sur gaz sec, 4.85 kg/h</li> <li>-- COVNM : 6200 mg/Nm<sup>3</sup> exprimé en C sur gaz sec, 0.598 kg/h.</li> </ul> </li> </ul> <p>L'exploitant indique qu'en situation normale les émissions ne remplissent pas les conditions mentionnées à l'article 59 – 7° susvisé pour être assujetties à la réalisation d'une mesure en permanence des émissions de COV (cf. p. 13/26 du Plan de Gestion des Solvants pour l'exercice 2020-2021).</p>
<b>Type de suites proposées :</b> Sans suite
<b>Proposition de suites :</b> Sans objet



<b>Référence réglementaire :</b> Arrêté Préfectoral du 28/04/2006, article 8.2.1
<b>Thème(s) :</b> Risques chroniques, Rejets en COV
<b>Prescription contrôlée :</b> L'exploitant doit mettre en place un programme de surveillance de ses rejets atmosphériques notamment en ce qui concerne les rejets de COV en sortie du dispositif de traitement (conduit n° 3). Les mesures portent a minima sur les rejets et les polluants pour lesquels des normes sont prescrites à l'article 3.2.4 du présent arrêté. La fréquence de ces mesures est a minima : - annuelle pour le conduit n° 3 [...]. Les résultats sont transmis à l'inspection des installations classées annuellement avec le PGS, accompagnés des commentaires appropriés et d'éventuelles propositions d'amélioration.
<b>Constats :</b>  <u>Éléments de l'exploitant :</u> L'article 3.2.4 "Valeurs limites dans les rejets atmosphériques" de l'arrêté préfectoral du 28 avril 2006 prescrit les valeurs limites d'émission suivantes pour les COV de l'annexe III de l'arrêté intégré du 02/02/1998 modifié et COV halogénés étiquetés R40 dont le Dichlorométhane : - 20 mg/Nm <sup>3</sup> ; - les rejets susvisés ne doivent pas dépasser 200 g/h.  Selon le Plan de Gestion des Solvants (PGS) du site pour l'exercice 2020-2021, le site ORIL Industrie de BACLAIR émet un composé organique volatil visé à l'annexe III susvisée : la Pyridine.  En 2020, 14 opérations ont utilisé la Pyridine, 19 en 2021 et 06 depuis le début de l'année 2022 (toutes les opérations sont similaires). La prochaine campagne prévisionnelle d'utilisation est prévue en octobre 2022. Pour l'exercice 2020-2021, le PGS mentionne l'absence d'émissions de COV (Pyridine), l'exploitant arguant que la Pyridine réagit complètement lors de la réaction (réactif) - 843,20 kg utilisés - (lors de l'exercice 2019-2020, utilisation de 1 176 kg, absence d'émissions). Les émissions atmosphériques issues de la réaction associée sont canalisées et traitées par la colonne de lavage puis par l'installation de condensation cryogénique du GF2. Aucune mesure en Pyridine n'a été réalisée en sortie de l'installation de condensation cryogénique, l'exploitant s'engage à la réaliser lors de la prochaine opération l'utilisant (campagne prévisionnel d'octobre prochain).  L'exploitant ne réalise pas de mesure en Pyridine.  <u>Proposition de mise en demeure n° 2 :</u> L'exploitant doit respecter l'article susvisé en réalisant, <u>sous 3 mois</u> , une mesure en Pyridine.
<b>Observations :</b>  <u>Observation n° 6 :</u> L'exploitant doit mettre en place une organisation pour réaliser cette mesure annuellement.
<b>Type de suites proposées :</b> Avec suites
<b>Proposition de suites :</b> Mise en demeure, respect de prescription

**Nom du point de contrôle : Prévention des pollutions**

<b>Référence réglementaire :</b> Arrêté Préfectoral du 28/04/2006, article 9.1.1
<b>Thème(s) :</b> Risques chroniques, Emission des COV du GF1
<b>Prescription contrôlée :</b> [...] Les COV émis dans l'atelier de production sont collectés et traités dans une colonne de lavage à la source. Ce dispositif a un rendement d'abattage d'au moins 90 % pour les composés acides (anhydride et acide acétique).
<b>Constats :</b>  L'exploitant n'a pas pu fournir de preuve attestant du rendement d'abattage d'au moins 90 % pour les composés acides (anhydride et acide acétique) issus de l'atelier GF1, lors du traitement.  <b>Fait susceptible de mise en demeure n° 1 :</b> <b>L'exploitant doit sous 3 mois :</b> <ul style="list-style-type: none"><li>- déterminer le rendement d'abattage pour les composés acides (anhydride et acide acétique) issus de l'atelier GF1, lors du traitement et le fournir à l'inspection ;</li><li>- fournir une proposition étayée de fréquence de vérification de ce rendement.</li></ul>
<b>Type de suites proposées :</b> Susceptible de suite

**Nom du point de contrôle :** Prévention des pollutions



**Référence réglementaire :** Arrêté Préfectoral du 28/04/2006, article 9.2.1.2

**Thème(s) :** Risques chroniques, Rejets de Composés Organiques Volatils (COV)

**Prescription contrôlée :**

Les bacs de stockage sont inertés à l'azote. 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.

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.

Le dispositif de traitement des COV en place permet l'abattage de tous les rejets acides des événements de l'atelier GF2.

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<sup>3</sup>.

**Constats :**

Selon les éléments présentés par l'exploitant en salle de commande, l'ensemble des événements des réacteurs, des ballons et des cuves de stockage est connecté au système de traitement des COV.

Process :

Pour l'atelier GF2, et en sortie de l'installation de traitement (colonne de lavage et cryocondensation), le dernier rapport de mesure des émissions atmosphériques du 05/05/22 indique :

- Dichlorométhane : 50 300 mg/Nm<sup>3</sup> exprimé en CH<sub>2</sub>Cl<sub>2</sub> sur gaz sec, 4.85 kg/h
  - COVNM : 6200 mg/Nm<sup>3</sup> exprimé en C sur gaz sec, 0.598 kg/h.
- Les émissions de COVNM sont inférieures à 2kg/h.

Le Plan de Gestion des Solvants pour l'exercice 2020-2021 mentionne que le rendement de l'installation de traitement des effluents de l'atelier GF2 est supérieur à 90 %.

L'exploitant précise que les COV émis sur les lignes LP3 et LP1 de l'unité GF2 sont collectés et envoyés pour traitement vers une colonne de lavage à la soude puis une installation de cryocondensation. En revanche, le filtre à charbon actif visé par l'arrêté a été retiré en 2008.

Proposition de mise en demeure n° 3 :

L'exploitant ne respecte pas l'article 9.2.1.2 susvisé de l'arrêté préfectoral du 28 avril 2006 modifié car 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) mais ne passent pas par un filtre à charbon actif.

Lors de la visite du 27 juin 2022, l'exploitant n'a ni apporté de justification technique étayée sur le retrait du filtre à charbon actif susvisé, ni remis de demande de modification de ces installations sur ce point.

De plus, l'exploitant n'a pas été en mesure de justifier du bon fonctionnement de l'installation de traitement des effluents atmosphériques (notamment, de l'installation de cryocondensation), les valeurs de flux respectées en COV et en Dichlorométhane sur une mesure ponctuelle annuelle ne permettant pas de justifier de la conformité des rejets toute l'année.

Il est à noter qu'au-delà du dysfonctionnement révélé par la dernière campagne de mesure de mai 2022, les opérateurs ont déclaré lors de la visite des dysfonctionnements récurrents et existants depuis au moins deux ans.

L'exploitant doit respecter sous 3 mois l'article 9.2.1.2 susvisé de l'arrêté préfectoral du 28 avril 2006 modifié (filtre à charbon actif).

Fait susceptible de mise en demeure n° 2 :

L'exploitant doit sous 3 mois :

- justifier de l'efficacité d'au moins 99 % prescrite par l'article susvisé, de l'installation de traitement des émissions atmosphériques de l'atelier GF2, et la fournir à l'inspection ;
- fournir une proposition étayée de fréquence de vérification de cette efficacité.

**Fait susceptible de mise en demeure n° 3 :**

**L'exploitant doit sous 3 mois :**

- justifier que le dispositif de traitement des COV en place permet l'abattage de tous les rejets acides des événements de l'atelier GF2, et fournir la justification à l'inspection ;
- fournir une proposition étayée de fréquence de vérification de cette efficacité.

**Postes de chargement :**

L'exploitant précise que les chargements de Pyridine et d'Isobuchlore sont réalisés sous des hottes spécifiques et engendrent 2 points de rejets spécifiques qui sont traités par charbons actifs.

L'inspection a constaté ces deux postes de chargement (l'un pour la Pyridine et l'autre pour l'Isobuchlore).

L'exploitant précise ne pas réaliser de mesure en Pyridine en sortie du traitement du point de chargement compte tenu :

- du temps très court de chargement ;
- de l'abattage total de la Pyridine par le traitement par charbon actif ;
- que le charbon actif est changé tous les 5 ans.

**Proposition de mise en demeure n° 4 :**

**L'exploitant ne peut pas justifier du respect de la valeur limite d'émission en Pyridine de 20 mg/Nm<sup>3</sup> prescrite à l'article susvisé.**

**L'exploitant doit mesurer, sous 3 mois, la valeur limite d'émission en Pyridine lors du chargement.**

**Fait susceptible de mise en demeure n° 4 :**

**L'exploitant doit respecter, sous 3 mois, la valeur limite d'émission en Pyridine lors du chargement.**

**Type de suites proposées :** Avec suites

**Proposition de suites :** Mise en demeure, respect de prescription