



**GUIDE TECHNIQUE
DE MISE EN PLACE DES SCHEMAS
DE MAITRISE DES EMISSIONS DANS LE SECTEUR
DE LA CHIMIE FINE PHARMACEUTIQUE**



ADEME



Sommaire

- 1. REFERENCE DU PRESENT GUIDE**
 - 2. CONTEXTE : PROGRAMME DE REDUCTION DES EMISSION DE COV**
 - 3. OBJET DU GUIDE DE REDACTION DU SCHEMA DE MAITRISE DES EMISSIONS**
 - 4. DONNEES CONCERNANT LE SECTEUR D'ACTIVITE**
 - 5. RAPPEL DE LA REGLEMENTATION**
 - 5.1. DEFINITION
 - 5.2. RAPPEL DE LA REGLEMENTATION SPECIFIQUE AU SECTEUR
 - 5.3. COV PARTICULIERS
 - 5.4. CAS DU TRAITEMENT PAR OXYDATION THERMIQUE
 - 6. DEFINITION DU SCHEMA DE MAÎTRISE DES EMISSIONS (SME)**
 - 7. PRINCIPE DU PLAN DE GESTION DES COV (PGS)**
 - 8. L'INSTALLATION TYPE**
 - 9. CALCUL DU FLUX ANNUEL DES EMISSIONS CIBLES (EAC)**
 - 10. EXEMPLES DE TECHNIQUES DISPONIBLES POUR ATTEINDRE L'EMISSION ANNUELLE CIBLE (EAC) PAR LE SME**
 - 10.1. REDUCTION DES EMISSIONS DE COV A LA SOURCE
 - 10.1.1. SUBSTITUTION DES SOLVANTS
 - 10.1.2. AUTRES ACTIONS A LA SOURCE
 - 10.2. TECHNIQUES D'EPURATION DES REJETS GAZEUX CHARGES DE COV
 - 10.2.1. CARACTERISTIQUES GENERALES DES TECHNIQUES D'EPURATION SECONDAIRE
 - 10.2.2. CRITERES DE CHOIX D'UNE TECHNIQUE D'EPURATION SECONDAIRE
 - 10.2.3. APPLICABILITE DES TECHNIQUES DE REDUCTION DES EFFLUENTS GAZEUX
 - 11. MESURE ET VERIFICATION DES EMISSIONS**
 - 12. CONTROLE PAR L'INSPECTION DES INSTALLATIONS CLASSEES**
 - 13. ACRONYMES ET DEFINITIONS**
-

- ANNEXE I : ARRETE DU 2 FEVRIER 1998 MODIFIE
 - ANNEXE II : EXEMPLES D'APPLICATION DU SCHEMA DE MAITRISE DES EMISSIONS
 - ANNEXE III : EXEMPLE DE PLAN DE GESTION DE SOLVANTS
 - ANNEXE IV : EXEMPLE DE CALCUL DE COUTS DE REMPLACEMENT D'ETUVES
-

* AVERTISSEMENT

Le présent guide n'a pas de statut réglementaire. En particulier, il ne se substitue pas aux arrêtés pris au titre de la loi du 19 juillet 1976 sur les ICPE.

En préambule, il est à noter que la mise en place d'un schéma de maîtrise des émissions de COV dont le principe est introduit dans l'arrêté du 2 février 1998 modifié (voir annexe I) permet de s'affranchir du respect de valeurs limites d'émission sur chaque source d'une installation classée pour laquelle seule une émission cible correspondant à un flux global d'émission de COV doit être respectée, sauf pour certains composés clairement spécifiés pour leur dangerosité qui sont identifiés comme « COV particuliers ». Pour ces derniers, des valeurs limites d'émission devront être respectées, même si un SME est mis en place. Celui-ci permet donc de concentrer les efforts de réduction sur les équipements ou traitements où le rapport coût/efficacité sera jugé optimal au regard de la réduction des émissions de COV.

Rédigé par les représentants des secteurs industriels, avec l'appui de l'ADEME, le présent guide a été validé par un comité de lecture, comprenant des représentants de l'inspection des installations classées, de l'ADEME, du MEDD et des instances professionnelles.

1) REFERENCE DU PRESENT GUIDE

- Secteur d'activité considéré dans le présent guide : **chimie fine pharmaceutique**
- Approuvé en comité de lecture du 14 novembre 2003
- Numéro de révision : 0
- Date de la dernière mise à jour du présent guide : 14/11/2003
- Destinataires : Industriels concernés et Inspection des installations classées

2) CONTEXTE : PROGRAMME DE REDUCTION DES EMISSIONS DE COV

L'arrêté du 29 mai 2000 transcrit en droit français la directive communautaire n°1999/13/CE du 11 mars 1999 relative à la réduction des émissions de composés organiques volatils (COV) dues à l'utilisation de solvants organiques dans certaines activités et installations industrielles. Il modifie de ce fait l'arrêté du 2 février 1998 relatif aux prélèvements et à la consommation d'eau ainsi qu'aux émissions de toute nature des installations classées pour la protection de l'environnement (ICPE) soumises à autorisation. On parlera dans ce guide de **l'arrêté du 2 février 1998 modifié**.

La directive 1999/13/CE du 11 mars 1999 s'inscrit dans un programme européen et international de lutte contre la pollution transfrontière à longue distance. Ce programme a pour origine la Convention de Genève de 1979, au titre de laquelle un certain nombre de protocoles ont été signés visant à lutter contre l'acidification, l'eutrophisation et les concentrations excessives en ozone troposphérique.

Le dernier de ces protocoles a été signé à Göteborg en 1999. Il se donne pour objectif une réduction des surfaces acidifiées et eutrophisées en Europe, et du nombre de jours de dépassement des seuils de protection de la santé pour l'ozone.

La directive 2001/81/CE du 23 octobre 2001, reprenant la démarche engagée dans le cadre du protocole de Göteborg, fixe également des plafonds d'émissions nationaux pour certains polluants atmosphériques.

Le tableau ci-dessous résume les objectifs chiffrés en termes de flux annuels de polluants pour la France :

	Emissions annuelles (kt)			
	SO ₂	NO _x	COV	NH ₃
Emissions 2000	659	1 432	1 659	791
Objectifs du protocole de Göteborg	400	860	1 100	780
Plafonds imposés par la directive 2001/81/CE	375	810	1 050	780

La directive 1999/13/CE du 11 mars 1999 doit permettre, pour les sources fixes, une réduction de 57% des émissions de COV entre 1997 et 2010. C'est donc un élément important de la lutte contre :

- la formation excessive d'ozone troposphérique notamment dans les grandes agglomérations pendant les périodes estivales
- les effets indésirables des composés organiques volatils sur la santé.

3) OBJET DU GUIDE DE REDACTION DU SCHEMA DE MAITRISE DES EMISSIONS

L'arrêté du 2 février 1998 modifié prévoit une alternative entre des valeurs limites d'émissions canalisées ou diffuses, notées VLE_c ou VLE_d et un schéma de maîtrise des émissions (SME).

Remarque : les acronymes VLE_c et VLE_d sont utilisés pour éviter toute confusion avec VLE valeur limite d'exposition traditionnellement utilisé en hygiène industrielle et santé publique.

Cette possibilité de SME, nouvelle dans la réglementation française, est plus difficile à appréhender à la fois

- par l'inspection des installations classées lors du contrôle administratif du respect de la réglementation, mais aussi
- par l'industriel concerné lors de la rédaction de sa demande d'autorisation.

L'objet du guide de rédaction du schéma de maîtrise des émissions est de :

- donner des éléments, à l'ensemble des acteurs concernés pour leur permettre d'appréhender correctement la réglementation,
- définir des moyens de détermination des émissions pouvant être utilisés à diverses fins : respect des valeurs d'émissions autorisées, inventaires d'émissions, étude d'impact sur la santé publique ou l'environnement,
- assurer un compromis national et de faciliter la discussion locale entre administrations et administrés,
- donner des indications sur les moyens de réduction des émissions de COV.

4) DONNEES CONCERNANT LE SECTEUR D' ACTIVITE

Description succincte du secteur : Dans l'arrêté du 2 février 1998 modifié, l'activité intitulée « utilisation de solvants dans la chimie fine pharmaceutique » est décrite comme étant : « Tout activité de synthèse chimique, fermentation, extraction, formulation et la présentation de produits chimiques finis ainsi que la fabrication des produits semi finis si elle se déroule sur la même installation. Si sur cette installation, une autre activité de chimie fine est exercée, phytosanitaire, vétérinaire, cosmétique, colorants, photographie, notamment, les valeurs limites d'émission prévues au présent point s'appliquent à l'ensemble des activités de l'installation. »

Dans le texte ci-dessus, les définitions suivantes s'appliquent :

- Chimie fine : fabrication généralement en discontinu (batch) de produits chimiques organiques dans des installations polyvalentes
- Formulation et présentation de produits chimiques finis : mise en forme de principes actifs finis (granulation, écaillage, mise en solution).
- Produit semi-fini : intermédiaire de synthèse.
- Chimie fine pharmaceutique : productions du secteur de la chimie fine destinées au marché pharmaceutique
- Chimie fine phytosanitaire, vétérinaire, cosmétique et photographique : productions du secteur de la chimie fine destinées aux marchés phytosanitaire, vétérinaire, cosmétique et photographique.

Le présent guide ne traite pas de la mise en forme galénique des principes actifs, c'est à dire la fabrication des médicaments : gélules, comprimés, ampoules, sirops ... Ce sujet est du ressort du syndicat professionnel de l'industrie pharmaceutique (LEEM) qui a également rédigé un guide spécifique.

Quantité de solvant consommée par le secteur : 60 kt (étude spécifique CITEPA du 5 octobre 1998)

Quantité d'émission en COV du secteur : 9 kt (étude du CITEPA précitée)

Données sur le SICOS : Syndicat de l'Industrie Chimique Organique de Synthèse et de la Biochimie

Nombre de sites adhérents au SICOS : 60

Masse salariale des sites adhérents au SICOS: 671 millions d'Euros (2000)

5) RAPPEL DE LA REGLEMENTATION

Les installations classées pour la protection de l'environnement (ICPE) soumises à autorisation sont visées par l'arrêté du 2 février 1998 modifié, sauf exclusions mentionnées dans son article 1 (joint en annexe I au présent guide).

Les arrêtés types, spécifiques aux installations soumises à déclaration, préciseront également la possibilité de mettre en place un SME. Ce guide est donc destiné aux **installations soumises à autorisation et à déclaration**.

5.1 Définitions (réf : arrêté 2 février 1998 modifié et directive du 11 mars 1999)

- "**composé organique volatil (COV)**", "tout composé organique, à l'exclusion du méthane, ayant une pression de vapeur de 0,01 kPa ou plus à une température de 293,15° K ou ayant une volatilité correspondante dans les conditions d'utilisation particulières ».
- "**émission canalisée ou gaz résiduaire**": « tout rejet gazeux final contenant des composés organiques volatils ou d'autres polluants et rejeté dans l'air par une cheminée ou d'autres équipements de réduction ».
- "**émission diffuse de COV**" « toute émission de COV dans l'air, le sol et l'eau, qui n'a pas lieu sous la forme d'émissions canalisées. » Par contre, ne sont pas considérées comme émissions diffuses les émissions de COV dégradés lors d'un traitement ultérieur par l'exploitant ou par un tiers pour le compte de l'exploitant.
- « **COV particuliers** », COV identifiés à phrase de risque R45, R46, R49, R60, R61 et halogénés R40 ou listés en annexes III et IV de l'arrêté du 2 février 98 modifié (voir détails §5.3).

Liste des principaux solvants utilisés en chimie fine pharmaceutique de synthèse (cf.étude CITEPA pour le SICOS du 5 octobre 1998).

Nom des solvants	Formule chimique	N° CAS
Méthanol	CH ₄ O	67-56-1
Toluène	C ₇ H ₈	108-88-3
Acétone	C ₃ H ₆ O	67-64-1
Ethanol	C ₂ H ₆ O	64-17-5

Par ailleurs, la liste complète de solvants utilisés ne peut être portée à la connaissance de tiers, car soit cette connaissance des solvants est un élément essentiel de la voie de synthèse, soit les accords de secret signés entre l'exploitant et ses clients en interdisent la divulgation. Cette liste est transmise à l'inspection des installations classées sous pli séparé conformément à l'article 2 du décret du 21 septembre 1977.

5.2. Rappel de la réglementation spécifique à la chimie fine pharmaceutique

La date de mise en conformité des installations existantes (autorisées ou déclarées avant le 1^{er} janvier 2001) est fixée au 30 octobre 2005, sauf dérogations prévues à l'article 70 de l'arrêté du 2 février 1998 modifié. Pour les installations nouvelles (autorisées ou déclarées à compter du 1^{er} janvier 2001), la mise en conformité est immédiate à la mise en service.

Remarque : Si sur l'installation considérée une activité de chimie fine autre que la chimie fine pharmaceutique est exercée, les valeurs limites d'émission précisées ci-dessous, s'appliquent à l'ensemble des activités de l'installation.

A) Si la consommation totale de solvants est inférieure à 50 tonnes/an et si le flux horaire total dépasse 2kg/h, la valeur limite de la concentration des émissions canalisées (notée VLE_C), de l'ensemble des composés organiques à l'exclusion du méthane, exprimée en carbone total, est de 110 mg par m^3 . A cette valeur limite se rajoutent les contraintes spécifiques des COV particuliers (cf §5.3).

L'arrêté préfectoral fixe en outre, une valeur limite annuelle des émissions diffuses (VLE_d).

B) Si la consommation totale de solvants est supérieure à 50 tonnes/an (cf article 30 point 25 de l'arrêté du 2 février 1998 modifié).

- 1) La valeur limite d'émissions (VLE_C) de COV à l'exclusion du méthane 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 de l'émission canalisée correspondante est portée à 150 mg/m^3 en carbone total.
A ces valeurs limites s'ajoutent les contraintes spécifiques des COV particuliers (cf §5.3)

Le flux annuel des émissions diffuses (VLE_d) ne doit pas dépasser 5% de la quantité de solvants utilisés pour les installations autorisées à compter du 1^{er} janvier 2001 et 15% pour les installations autorisées avant le 1^{er} janvier 2001. Les valeurs limites d'émissions diffuses ne comprennent pas les solvants vendus avec les préparations ou produits dans un récipient fermé hermétiquement.

- 2) Par contre, les dispositions ci-dessus ne s'appliquent pas si les émissions totales de COV sont :
 - Pour les installations autorisées à compter du 1^{er} janvier 2001, inférieures ou égales à 5% de la quantité annuelle totale de solvants utilisés
 - Pour les installations autorisées avant le 1^{er} janvier 2001, inférieures ou égales à 15% de la quantité annuelle totale de solvants utilisés.

A ces dispositions s'ajoutent les contraintes spécifiques des COV particuliers (cf §5.3)

5.3 - COV particuliers

« **COV particuliers** », COV identifiés à phrase de risque R45, R46, R49, R60, R61 et halogénés R40 ou listés en annexe III et IV de l'arrêté du 2 février 98 modifié.

Les COV définis ci dessus sont soumis à une VLEc plus contraignante. Il convient de tenir compte, dans tous les cas de figure, de cette contrainte réglementaire supplémentaire.

Catégorie de COV particuliers	VLEc en mg de composé par m ³
Halogénés R40 ¹ + composés listés en annexe III de l'arrêté du 2/2/98 modifié	20 mg/m ³ si flux de composé > 100 g/h
R45 ² , R46 ³ , R49 ⁴ , R60 ⁵ , R61 ⁶ + composés listés en annexe IV de l'arrêté du 2/2/98 modifié	2 mg/m ³ si flux de composé > 10g/h

En cas de présence de plusieurs composés d'une même catégorie, la valeur limite d'émission exprimée en mg/m³ se rapporte à la somme massique de ces différents composés.

Pour le secteur de la chimie fine pharmaceutique, les principaux COV particuliers sont (selon l'étude CITEPA précitée) :

Nom du composé	Formule chimique	Phrase de risque ou annexe III ou IV (Classification au 14 nov.2003)	N° CAS	VLEc prévue dans l'arrêté du 2/2/98 modifié (en mg de composé)
o-chlorotoluène	C ₇ H ₇ Cl	halogéné R40	95-49-8	20 mg/m ³ si flux>100g/h
1,4 Dioxane	C ₄ H ₈ O ₂	annexe III	123-91-1	20 mg/m ³ si flux>100g/h
Benzène	C ₆ H ₆	R45	71-43-2	2 mg/m ³ si flux>10g/h
Trichlorométhane	CHCl ₃	halogéné R40	67-66-3	20 mg/m ³ si flux>100g/h
1,2 Dichloroéthane	C ₂ H ₄ Cl ₂	R45	107-06-2	2 mg/m ³ si flux>10g/h
Dichlorométhane (chlorure de méthylène)	CH ₂ Cl ₂	halogéné R40	75-09-2	20mg/m ³ si flux>100g/h
Diméthylformamide	C ₃ H ₇ NO	R61	68-12-2	2 mg/m ³ si flux>10g/h

En tout état de cause, il est rappelé que la mise en place d'un SME n'exempte pas, pour ces composés particuliers, du respect des VLEc.

En outre, l'exploitant devra identifier puis mettre en œuvre, autant que possible, toute possibilité de substitution par des produits ne présentant pas ces phrases de risques. Les cas de substitutions considérés comme impossibles par l'exploitant sont identifiés par ce dernier qui apporte une justification technique et/ou économique.

¹ R40 : Effet cancérigène suspecté – Preuves insuffisantes

² R45 : Peut causer le cancer

³ R46 : Peut causer des altérations génétiques héréditaires

⁴ R49 : Peut causer le cancer par inhalation

⁵ R60 : Peut altérer la fertilité

⁶ R61 : Risque pendant la grossesse d'effets néfastes sur l'enfant

5.4 - Cas du traitement par oxydation thermique

L'arrêté prévoit que dans le cas de l'utilisation d'une technique d'oxydation pour l'élimination des COV, la valeur limite d'émission en sortie de traitement exprimée en carbone total est de 20 mg/m³ ou 50 mg/m³ si le rendement d'épuration est supérieur à 98%. La teneur en oxygène de référence pour la vérification de la conformité aux valeurs limites d'émission est celle mesurée dans les effluents en sortie d'équipement d'oxydation thermique.

A noter que l'installation reste soumise aux valeurs limites d'émission en oxydes d'azote (NO_x) monoxyde de carbone (CO) et méthane (CH₄) prévues à l'article 27a) de l'arrêté du 2 février 1998 modifié même si un SME est mis en œuvre.

Ces valeurs limites sont applicables sauf si des valeurs limites spécifiques (cf : art 30-25, 27-7°b, 27-7c et 27-12) sont plus sévères.

6) DEFINITION DU SCHEMA DE MAÎTRISE DES EMISSIONS (SME)

Alternative au respect des VLEc et VLEd, le schéma de maîtrise des émissions (SME) est une option prévue par la directive communautaire 1999/13/CE du 11 mars 1999 précitée et reprise dans l'arrêté du 2 février 1998 modifié au e) du §7 de l'article 27.

Le SME concerne une ou plusieurs installations au sens de l'article L511-2 du code de l'environnement. D'après ce texte, les installations se définissent comme étant « les usines, ateliers, dépôts, chantiers et d'une manière générale les installations exploitées ou détenues par toute personne physique ou morale, publique ou privée, qui peuvent présenter des dangers ou des inconvénients soit pour la commodité du voisinage, soit pour la santé, la sécurité, la salubrité publiques, soit pour l'agriculture, soit pour la protection de la nature et de l'environnement, soit pour la conservation des sites et des monuments ainsi que des éléments du patrimoine archéologique ».

Suivant la nature de l'activité il est donc possible de trouver plusieurs installations par site. Le SME peut être mis en œuvre sur l'ensemble d'un site s'il n'existe qu'un seul exploitant sur ce site.

Selon les termes de cet arrêté, le schéma de maîtrise des émissions (SME)

1. **est élaboré** à partir d'un niveau d'émission de référence de l'ICPE correspondant au niveau atteint si aucune mesure de réduction des émissions de COV n'était mise en œuvre.
2. **garantit** que le flux total annuel d'émissions de COV de l'ICPE est strictement inférieur ou égal au flux qui serait atteint par une application des VLEc et VLEd sur l'installation de référence.

Il n'interdit pas l'adoption par les autorités locales de mesures motivées plus restrictives.

Il existe dans l'arrêté du 2 février 1998 modifié deux types de valeurs limites (cf 5.2) :

- une valeur limite pour les émissions canalisées et une valeur limite pour les diffuses
- une valeur limite globale.

La valeur limite globale a été retenue comme émission cible dans le cadre de la circulaire relative au schéma de maîtrise. En effet, les possibilités de réduction à la source sont limitées dans le secteur de la chimie fine pharmaceutique et il n'apparaît pas en général possible d'asseoir une valeur limite par rapport à une situation de référence :

L'exploitant respectera la valeur limite sur les émissions totales :

- **5% de la quantité de solvant utilisée, pour les installations autorisées à compter du 1er Janvier 2001**
- **15% de la quantité de solvant utilisée, pour les installations autorisées avant le 1er Janvier 2001**

Ce choix interdit le recours à la formule générale définie dans la circulaire et impose ces objectifs aux installations consommant moins de 50 tonnes/an.

Le présent guide détaille la mise en place d'un SME dans ce contexte et donne des exemples de possibilité d'application du schéma de maîtrise des émissions figurant en annexe II.

7) PRINCIPE DU PLAN DE GESTION DE SOLVANTS (PGS)

Le plan de gestion de solvants est un moyen, mis à la disposition de l'exploitant, lui permettant de rationaliser sa consommation de solvants en identifiant notamment les pertes superflues. Il est également un outil permettant de démontrer à l'administration compétente que les engagements pris au titre d'un SME sont bien respectés.

Un exemple de plan de gestion de solvants figure en annexe III. Ce plan est illustré par le schéma général qui suit proposé par l'administration.

Définition des variables permettant d'élaborer un bilan massique des émissions de COV

- I1** : La quantité de solvants organiques, à l'état pur ou dans des préparations achetées, qui est utilisée dans les installations pendant la période au cours de laquelle le bilan massique est calculé.
- I2** : La quantité de solvants organiques à l'état pur ou dans des préparations récupérées et réutilisées comme solvants à l'entrée de l'unité (le solvant recyclé est compté chaque fois qu'il est utilisé pour exercer l'activité).

Solvants organiques à la sortie (O)

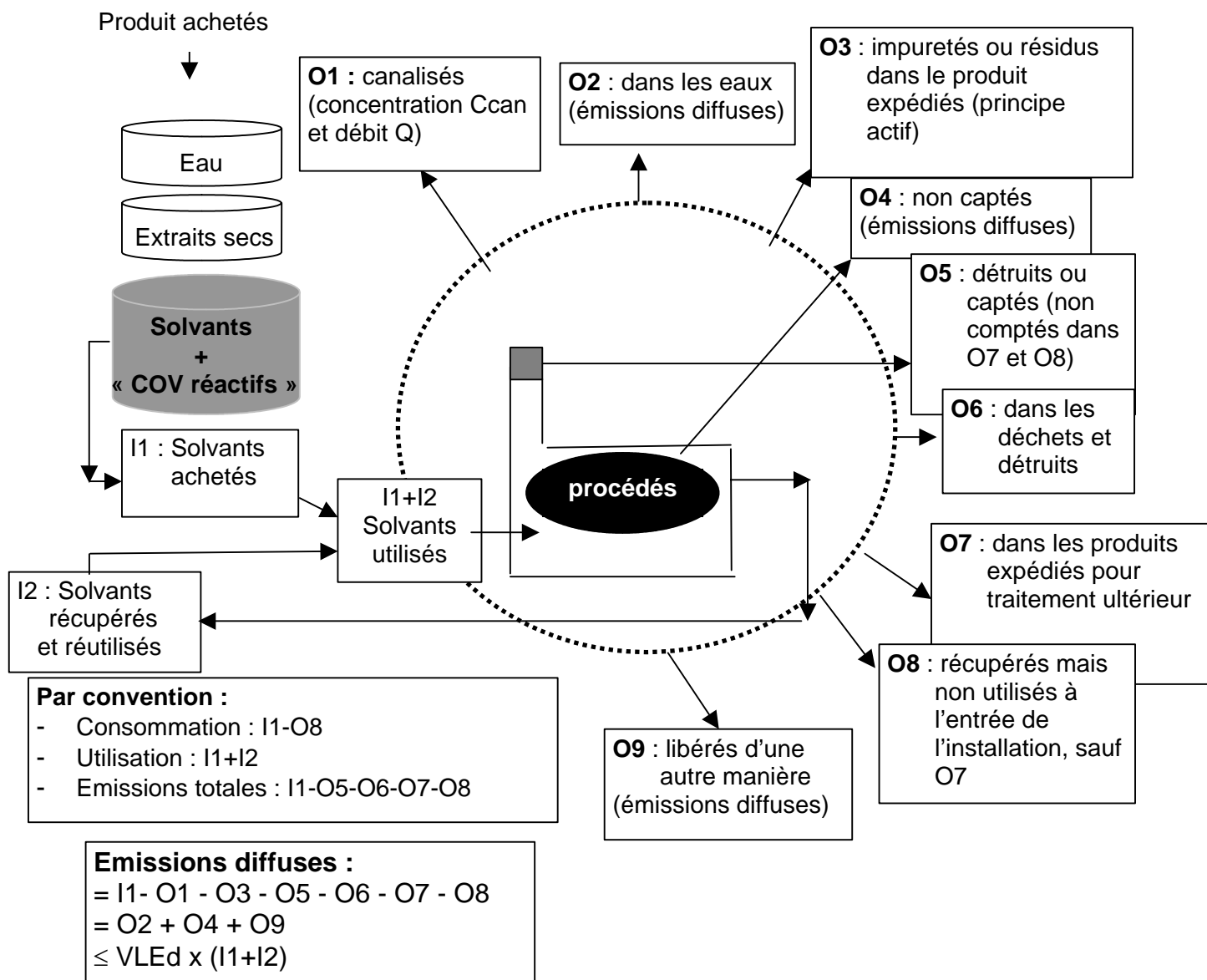
- O1** : Émissions dans les gaz résiduels.
- O2** : Perte de solvants organiques dans l'eau, compte tenu, le cas échéant, du traitement des eaux résiduelles pour le calcul prévu dans O5.
- O3** : La quantité de solvants organiques qui subsistent sous forme d'impuretés ou de résidus dans les produits issus de l'opération.
- O4** : Émissions non captées de solvants organiques dans l'air. Cela comprend la ventilation générale de locaux qui s'accompagne d'un rejet d'air dans l'environnement extérieur par les fenêtres, les portes, les événements ou des ouvertures similaires.
- O5** : Perte de solvants organiques et/ou de composés organiques due à des réactions chimiques ou physiques (y compris de ceux qui sont détruits, par incinération ou d'autres traitements des gaz et des eaux résiduelles, ou captés, par exemple par absorption, à condition qu'ils ne soient pas comptés dans O7 ou O8)
- O6** : Solvants organiques contenus dans les déchets collectés.
- O7** : Solvants organiques, ou solvants organiques contenus dans des préparations, qui sont vendus ou sont destinés à la vente en tant que produits ayant une valeur commerciale.
- O8** : Solvants organiques contenus dans des préparations, récupérés en vue d'une réutilisation, mais non utilisés à l'entrée de l'unité, à condition qu'ils ne soient pas comptés dans O7.
- O9** : Solvants organiques libérés d'une autre manière.

Spécificités de la chimie fine pharmaceutique :

- 1 - La quantité de COV consommée par les réactions chimiques (« COV réactifs ») est habituellement négligeable devant la quantité de COV utilisés comme solvants. Le cas échéant, l'exploitant s'efforcera de la quantifier (comprise dans O5)
- 2 - O3 est négligeable, il correspond aux solvants résiduels dans le produit expédié.
- 3 - O7 représente les solvants contenus dans des produits expédiés en solution ou mélange et qui peuvent éventuellement faire l'objet d'une transformation ultérieure chimique ou physique.
- 4 - O2 représente les solvants contenus dans les eaux résiduelles. S'il existe un ouvrage d'épuration, la valeur de O2 doit tenir compte du rendement de dégradabilité et des émissions diffuses dans l'atmosphère au niveau de l'ouvrage. Les émissions diffuses sont comptabilisées en O4. Pour être comptabilisés en O5, les COV détruits dans l'ouvrage d'épuration interne doivent être quantifiés.

Dans le cas où l'exploitant sous-traite la gestion de ses eaux résiduelles, il lui sera possible de soustraire, des émissions diffuses, la quantité de COV biodégradés dans la STEP externe sous réserve des mêmes dispositions.

Un coefficient de dégradation moyen pourra être validé par l'administration sur la base d'une étude réalisée sur des installations représentatives.



Inventaire des entrées et sorties de solvants / COV

8) INSTALLATION TYPE

Pour établir un SME, il est important de préciser le périmètre technique de l'installation prise en compte pour définir les différentes sources diffuses et canalisées. Chaque industriel utilise pour chaque étape de la fabrication de ses produits une combinaison d'éléments pris dans la liste non exhaustive suivante :

- Stockages amont (citernes, conteneurs, fûts)
- Circuits de chargement (circuit fermé ou ouvert y compris doseurs éventuels)
- Toute cuve fermée agitée ou réacteur (sous pression atmosphérique, sous vide ou sous pression)
- Equipements connexes au réacteur, intégrés à la fonction production
- Colonne à distiller
- Condenseur
- Générateur de vide
- Colonne d'abattage et de lavage
- Recettes
- Pompes de transfert
- Matériel de séparation liquide/liquide par extraction ou distillation
- Matériel de séparation solide/liquide (filtre clos, filtre ouvert, filtre presse,essoreuse....)
- Matériel de séchage : filtre sécheur, sécheur ventilé clos, agité sous vide ou non, étuve à plateaux, lit fluidisé, atomiseur, lyophilisateur...
- Equipement de traitement physique (broyeur, tamiseuse...)
- Equipement de conditionnement (solides, liquides)
- Stockages aval (citernes, conteneurs, fûts pour produits finis et produits résiduels)

Principales opérations pouvant entraîner des émissions de COV :

- Remplissage et respiration des cuves de stockage vrac (transfert de déchets, dépotage de camions, variation de température)
- Opérations sous vide (chargement de ballon, de réacteur, séchage en sécheurs rotatifs, chargement des camions de déchets ...)
- Réactions de synthèse / reflux; distillation; filtration; essorage; réempatement; recristallisation; décompression (hydrogénateurs; filtres clos, monoplaque)
- Soufflage des canalisations et des capacités; dégazage des canalisations, des capacités ou des fûts
- Chargement par le trou d'homme d'un réacteur, d'une cuve de mélange; prélèvement d'échantillons
- Séchage de produit en étuve ventilée
- Nettoyage des emballages et des équipements, dégraissage de pièces mécaniques
- Inertage / balayage azote
- Dépotage (filtre clos, ...) pour récupération du produit solide (humide)
- Chauffage des fûts (fondeur) pour produit à fondre
- Activités de laboratoire (CCM; synthèses; rotavapor; nettoyage de la vaisselle.....)

Il appartiendra à chaque industriel de préciser ses principaux éléments sources d'émissions.

9) CALCUL DU FLUX ANNUEL DES EMISSIONS CIBLES (EAC)

Pour une installation donnée et en référence au plan de gestion de solvants (cf. chapitre 7) :

$$\text{EAC} = 15\% \times (\text{I1} + \text{I2}) \text{ pour les installations existantes}$$
$$\text{EAC} = 5\% \times (\text{I1} + \text{I2}) \text{ pour les installations nouvelles}$$

10) EXEMPLE DES TECHNIQUES DISPONIBLES POUR ATTEINDRE EAC

L'émission annuelle cible (EAC) peut être obtenue par des moyens très divers pouvant être combinés. A titre d'exemple on citera :

- Optimisation des conditions opératoires,
- Traitement des effluents avant rejet,
- Optimisation de la consommation de solvants,
- Utilisation de produits à basse teneur en solvant
- Utilisation des solvants en circuit fermé (recyclage)
- Sensibilisation et motivation du personnel au respect de bonnes pratiques.

10-1 Réduction des émissions de COV à la source

10.1.1 Substitution des solvants :

La substitution des solvants organiques peut se concevoir de deux manières :

Substitution par de l'eau, cette possibilité est par expérience très limitée, ou substitution par un solvant moins dangereux notamment pour les solvants constituant des COV particuliers déjà cités. Cette substitution ne peut être étudiée qu'au cas par cas.

Les différentes agences du médicament (AFSAPS en France, Agence européenne du médicament, Food and Drug Administration aux Etats Unis) considèrent le changement de solvant comme une modification majeure qui nécessite des études sur la synthèse du principe actif et sur sa mise en forme pharmaceutique. Les étapes suivantes sont donc concernées.

Synthèse du principe actif :

- Etudes chimiques du procédé (vitesse de réaction, modifications des impuretés, modifications de la sélectivité ...),
- Etudes analytiques et de stabilité,
- Etudes toxicologiques,
- Validation industrielle du procédé (impact sur les conditions de cristallisation, de séchage....)

Formulation pharmaceutique :

- Etudes galéniques,
- Etudes pharmacologiques,
- Etudes de stabilité.

Il faut rappeler que la commercialisation d'une forme pharmaceutique nécessite l'acceptation d'un dossier d'enregistrement par ces agences. Ce dossier décrit de façon détaillée la fabrication du principe actif et ses propriétés physico-chimiques ainsi que celles du médicament. Toute modification majeure du procédé de fabrication nécessite donc une nouvelle autorisation des clients ainsi que des autorités de santé. .

La substitution de solvant est un processus long et coûteux qui peut ne pas aboutir.

C'est pourquoi, il est indispensable de rechercher les meilleures solutions dès la mise au point des voies de synthèse au stade de la recherche et du développement.

10.1.2 Autres actions à la source consistant dans la mise en place de bonnes pratiques d'utilisation des solvants :

Certaines actions à la source peuvent permettre de réduire les consommations de solvant et/ou les émissions de COV. Certaines de ces actions sont mises en œuvre depuis de nombreuses années dans les unités de production mais il peut encore exister un potentiel de réduction dans les ateliers à étudier au cas par cas :

- Diminution des quantités de solvant mises en œuvre en travaillant en milieu plus concentré,
- Optimisation des consommations d'azote (inertage, balayage.....)
- Modification de certaines conditions opératoires de distillation : par exemple si le procédé le permet une distillation sous vide peut être remplacée par une distillation à pression ordinaire,
- Mise en place de bonnes pratiques d'exploitation des procédés utilisant des solvants comportant :
 - ✓ Formation du personnel à la conduite des opérations avec un mode opératoire précis et une procédure de gestion des anomalies,
 - ✓ Contrôle périodique de certains organes pour vérifier que l'appareillage et les fluides associés répondent aux spécifications prévues. Entretien et réglage en fonction des anomalies constatées.
 - ✓ Amélioration de la condensation par augmentation des surfaces d'échanges et des capacités frigorifiques.
- Changement de technologie, par exemple :
 - ✓ Pompes à vide sèches évitant le transfert de pollution des pompes à anneau liquide,
 - ✓ Filtre clos sous pression ou sous vide plus étanches que les filtres ouverts ou les essoreuses très ventilées,
 - ✓ Colonnes pulsées pour l'extraction liquide/liquide plus étanches et mettant en œuvre moins de solvants que les cônes agités,
 - ✓ Séchoir type malaxeur sous vide permettant une meilleure condensation des solvants.

La réduction des émissions de COV par des actions à la source permet de limiter les émissions. L'efficacité des réductions ne peut être estimée qu'au cas par cas.

Les coûts engendrés sont très variables. (voir exemple annexe IV)

10-2 Techniques d'épuration des rejets gazeux chargés de COV

10-2.1 Caractéristiques générales des techniques d'épuration secondaire

Les techniques de traitement des rejets gazeux chargés en COV sont multiples. Les techniques connaissant les applications industrielles les plus nombreuses sont les suivantes :

- Incinération :
 - ✓ Incinérateur thermique à récupération ou régénération,
 - ✓ Incinérateur catalytique à récupération ou régénération,
- Adsorption sur charbon actif.
- Condensation.
- Optimisation des conditions d'abattage des colonnes de lavage ou d'absorption.

Les incinérateurs de déchets peuvent être également utilisés. Ils peuvent être adaptés pour recevoir des fluides gazeux chargés de COV.

Les caractéristiques des techniques de traitement des rejets chargés de COV peuvent se résumer ainsi :

	Incinérateur thermique à récupération	Incinérateur thermique à régénération	Incinérateur catalytique à récupération
Gamme de concentrations	$C > 5 \text{ g COV/m}^3$	$C < 10 \text{ g COV/m}^3$	$C < 10-15 \text{ g COV/m}^3$
Autothermie	$C = 8 \text{ à } 10 \text{ g COV/m}^3$	$C = 2 \text{ à } 3 \text{ g COV / m}^3$	$C = 2 \text{ à } 4 \text{ g COV / m}^3$
Gamme de débits	$< 30\,000 \text{ Nm}^3/\text{h}$	$1000 \text{ à } 300\,000 \text{ Nm}^3/\text{h}$	$< 30\,000 \text{ Nm}^3/\text{h}$
Récupération d'énergie primaire	60 à 70 %	90 à 98 %	60 à 75 %
Récupération d'énergie secondaire	possible et souhaitable	limitée	possible
Performances COV totaux NOx CO	$< 20 \text{ mg C/Nm}^3$ $< 100 \text{ mg/Nm}^3$ $< 100 \text{ mg / Nm}^3$	$< 20 \text{ mg C/Nm}^3$ < incinérateur. thermique à récupération < incinérateur. thermique à récupération	$< 20 \text{ mg C/Nm}^3$ < incinérateur. thermique à récupération < incinérateur. thermique à récupération
Limites d'utilisation	faibles concentrations présence de produits halogénés	présence de produits halogénés présence de poussières	présence de poisons du catalyseur présence de poussières risque de concentrations élevées (surchauffe)

	Adsorbent sur charbon actif	Condensation cryogénique	Biofiltration
Gamme de concentrations	$C < 15 \text{ g COV/m}^3$	$C > 10 \text{ g COV/m}^3$	$C < 1 \text{ g/Nm}^3$
Gamme de débits	$1000 \text{ à } 100\,000 \text{ Nm}^3/\text{h}$	petit débit : # 2 à 5 000 Nm^3/h	$1000 \text{ à } 100\,000 \text{ Nm}^3/\text{h}$
Performances COV totaux	Moins élevées que l'incinération $100 \text{ à } 150 \text{ mg C / Nm}^3$	Moins élevées que l'incinération $100 \text{ à } 150 \text{ mg C / Nm}^3$	Peu élevées 150 mg C / Nm^3
Limites d'utilisation	nombre de COV température des gaz à traiter présence de poussières présence de produits polymérisables traitement aval des produits	nombre de COV produits volatiles humidité traitement aval des produits	COV non biodégradable température des gaz à traiter non permanence des rejets

10-2.2 Critères de choix d'une technique d'épuration des rejets gazeux chargés de COV, adaptée aux contraintes liées aux activités de la chimie de spécialité

Le choix d'une technique d'épuration des effluents gazeux chargés de COV, dépend de plusieurs facteurs, parmi lesquels :

- Concentrations en COV,
- Nombre de COV en présence dans l'effluent gazeux,
- Nature des COV,
- Débit de gaz à traiter,
- Variabilité des rejets dans le temps,
- Mode de fonctionnement des installations,
- Possibilité de valorisation thermique ou de valorisation des produits récupérés,
- Possibilité de traiter d'autres types d'émissions, les déchets liquides ou solides par exemple,
- Réglementation en vigueur.

En chimie fine pharmaceutique, les ateliers sont dans la majorité des cas, polyvalents. Le nombre de solvants utilisés simultanément dans le même atelier est élevé. Différents solvants peuvent être utilisés dans un même équipement. Les caractéristiques des rejets d'un atelier peuvent donc être différentes d'un jour à l'autre. En fonction des équipements présents, les rejets ont des caractéristiques différentes. On peut distinguer :

- La ventilation de l'atelier et les systèmes de captation à la source : gros débits d'air et faibles concentrations de COV.
- Les rejets des pompes à vide : débits de gaz moyens et fortes concentrations, les pompes à vide dans le cas où elles ne seraient pas équipées de condenseurs.
- Les rejets des événements des réacteurs : les débits et les concentrations sont très faibles et très variables en fonction des synthèses réalisées.

Les rejets sont généralement fortement variables dans le temps et non permanents. Le nombre d'heures de fonctionnement de chaque équipement et le nombre d'équipements en fonctionnement simultanément changent fréquemment. Cette variabilité des rejets a un impact sur le dimensionnement des équipements de réduction. Le flux maximal de solvant à traiter par heure permet de dimensionner l'équipement de réduction (ceci conditionne le coût d'investissement) et le flux moyen, les besoins en utilités (qui détermineront les coûts opératoires).

10-2.3 Applicabilité des techniques de réduction des effluents gazeux chargés de COV dans le cas de la chimie fine pharmaceutique

Incinération thermique des rejets gazeux

La limite d'émission de 20 mg COV/Nm³ peut être atteinte avec les techniques d'incinération. Parmi les trois types d'incinérateurs cités plus haut, l'incinérateur thermique à récupération pourrait être utilisé. Cet incinérateur accepte des variations de charge, susceptible de se produire fréquemment en chimie fine pharmaceutique, beaucoup plus facilement que l'incinérateur catalytique. Les risques de surchauffe sont en effet à éviter avec ce dernier type d'incinérateur. L'incinérateur thermique à régénération est adapté aux grands débits de gaz et aux faibles concentrations. Il peut également trouver d'autres applications (rejets de ventilation des ateliers).

La présence de composés halogénés nécessite des températures de destruction élevées (de l'ordre de 1100°C), des matériaux de construction spéciaux et un traitement des effluents gazeux issus de l'incinérateur pour neutraliser les émissions de HCl.

La collecte des événements est réalisée à l'aide d'un flux d'azote. L'incinérateur doit être adapté à cette situation. Les incinérateurs thermiques à récupération ont un temps de montée en température rapide qui permet d'envisager de les stopper lors des arrêts prolongés des équipements de production, la nuit et les week-ends par exemple.

En présence de composés chlorés la formation de dioxine n'est peut être pas à exclure. Dans ce cas, seules des analyses permettent de mettre en évidence leur présence.

Condensation cryogénique

La limite de 20 mg COV / Nm³ est beaucoup plus difficile à atteindre avec la condensation cryogénique et les solvants les plus volatiles tels que le chlorure de méthylène. Une température de (-) 100 °C est nécessaire pour atteindre 150 mg COV / Nm³ avec le chlorure de méthylène. La température de congélation de ce composé, de (-)95 °C, est dépassée. A (-)100 °C, le chlorure de méthylène cristallise et le condenseur givre. Le dégivrage d'un condenseur nécessite d'avoir deux condenseurs en parallèle pour assurer un fonctionnement continu de l'installation. Le dégivrage s'effectue par réchauffage de la paroi du condenseur. Le solvant liquide est alors évacué par drainage. Une perte de COV peut avoir lieu lors du dégivrage.

La présence de nombreux composés à volatilité très différente et la présence d'humidité imposent un condenseur à plusieurs étages. Par exemple :

- Un premier condenseur refroidi à l'eau industrielle permettant la séparation des composés les plus lourds et de l'humidité,
- Un deuxième étage constitué d'un condenseur refroidi à l'eau glycolée entre - 10 et - 30 °C, permettant de piéger les composés les plus lourds,
- Un troisième étage constitué par le condenseur cryogénique alimenté en azote liquide.

L'azote liquide est généralement disponible sur les sites de production puisque les réacteurs sont inertés à l'azote. L'azote utilisé pour la condensation peut servir par la suite à l'inertage des équipements.

Les solvants ne peuvent cependant pas être recyclés dans les fabrications dans tous les cas, en raison des contraintes imposées par les risques de contamination croisée. Dans la plupart des cas aussi, plusieurs équipements pouvant être reliés au même condenseur, un mélange de solvants est récupéré et non un solvant unique. Ceci rend le recyclage encore plus difficile.

Adsorption sur charbon actif

Avec l'adsorption sur charbon actif, le respect d'une norme de 20 mg COV / Nm³ impose un volume de charbon actif important et l'augmentation de la fréquence de désorption des lits de charbon actif. La présence de nombreux COV rend son emploi difficilement envisageable. Comme dans le cas de la condensation cryogénique, ces solvants ne pourront être que difficilement recyclés dans les fabrications en raison des contraintes imposées par les risques de contamination croisée.

Bio-filtration

La norme de 20 mg COV ou équivalent carbone par Nm³ ne peut être atteinte avec ce type de technique. Son domaine d'emploi (COV biodégradables, faibles concentrations) rend son application pour la chimie fine pharmaceutique limitée mais des niches d'emploi sont peut-être possibles.

La norme de 2 mg COV/Nm³ peut difficilement être atteinte avec les techniques secondaires précédentes.

Incinérateur de déchets

Quelques sites de chimie fine pharmaceutique sont déjà équipés d'incinérateurs de déchets liquides et de solvants. Les incinérateurs de déchets multi-fluides peuvent accepter les rejets gazeux chargés de COV.

11) MESURE ET VERIFICATIONS DES EMISSIONS

Lorsqu'un SME sera mis en place il y aura alors obligation de démontrer aux autorités compétentes que les objectifs de rejets (canalisés et diffus) seront conformes à ce qui avaient été prévus. Le Plan de Gestion des Solvants est un outil qui doit permettre de valider ces objectifs par le bilan matière qui en résulte. Or, en l'état actuel, certains rejets tels que les rejets canalisés peuvent rarement être déterminés sans des mesures directes. Pour les mesures de COV dans les rejets canalisés les normes en vigueur sont les suivantes :

NF EN 12619	« Emissions des sources fixes - Détermination de la concentration massique en carbone organique total à de faibles concentrations dans les effluents gazeux - Méthode du détecteur en continu à ionisation de flamme ».
NF X43 301 (procédure d'annulation en cours)	Qualité de l'air Emissions des sources fixes Détermination d'un indice relatif aux composés organiques en phase gazeuse ; Méthode par ionisation de flamme
NF EN 13526	« Emissions des sources fixes - Détermination de la concentration massique en carbone organique total à de fortes concentrations dans les effluents gazeux - Méthode du détecteur en continu à ionisation de flamme ».
NF EN 13649	« Emissions des sources fixes –Détermination de la concentration massique en composés organiques gazeux individuels »

Les émissions diffuses sont en général, estimés par la méthode du bilan. Les différentes méthodes pour l'estimation et/ou la mesure des COV diffus font actuellement l'objet d'un groupe de travail de normalisation au CEN.

Il est rappelé également qu'en tout état de cause les obligations réglementaires en terme de surveillance sont prévues au 7° de l'article 59 de l'arrêté du 2 février 1998 modifié.

Lorsqu'il n'est techniquement pas possible (ou que cela est trop onéreux) de faire des mesures directes sur les rejets, diverses méthodes telles que l'utilisation des facteurs d'émission ou de modèles d'émission peuvent être envisagés. La vérification sera à adapter suivant le degré de complexité du secteur. Cette possibilité est présentée pour avis préalable à l'inspection des installations classées qui peut, le cas échéant, compléter les propositions de l'exploitant par des mesures in-situ.

Pour chaque méthode de détermination, l'exploitant donnera des informations relatives à l'incertitude.

12) CONTROLE PAR L'INSPECTION DES INSTALLATIONS CLASSEES

Lorsque l'exploitant s'engage dans cette démarche de schéma de maîtrise des émissions, il doit en informer le préfet par un courrier précisant notamment :

- Le guide auquel il se réfère ou à défaut, la méthode de calcul des émissions utilisée
- Le niveau estimé des émissions au moment de cet engagement
- L'émission cible (EAC)
- L'échéancier de mise en conformité de son installation,

L'exploitant établit un dossier comportant les éléments suivants :

- Le programme de surveillance des émissions canalisées
- Le plan de gestion des solvants
- Les écarts constatés, leurs justifications et les mesures correctives.

Ce dossier est actualisé une fois par an et tenu à la disposition de l'inspection des installations classées. Il lui est communiqué sur simple demande y compris la classification des COV.

Pour les installations consommant plus de 30t/an de COV, le plan de gestion des solvants est transmis annuellement à l'inspection des installations classées.

Toute modification de l'installation doit conduire si nécessaire, à une actualisation du dossier du Schéma de Maîtrise des Emissions (SME).

13) ACRONYMES ET DEFINITIONS

ADEME	Agence de l'Environnement et de la Maîtrise de l'Energie
BAT	Best Available Technologies
BREF	Best Reference Document.
CEN	Comité Européen de Normalisation
CITEPA	Centre Interprofessionnel Technique d'Etude de la Pollution Atmosphérique
EAC	flux des émissions annuelles cibles
ICPE	Installation Classée pour la Protection de l'Environnement
MEDD	Ministère de l'Environnement et du Développement Durable
MTD	Meilleures Techniques Disponibles
Nm³	mètre-cube dans les conditions Normales de température et de pression
PGS	Plan de Gestion de Solvants
SICOS	Syndicat de l'Industrie Chimique Organique de Synthèse et de la Biochimie
SME	Schéma de Maîtrise des Emissions
VLEc	Valeur Limite d'Emission Canalisés exprimée en mg par m ³ . Cette valeur est celle prévue par l'arrêté du 2 février 98 modifié.
VLEd	Valeur Limite d'Emissions Diffuses exprimée en pourcentage de la quantité de solvant utilisée dans l'installation. Cette valeur est celle prévue par l'arrêté du 2 février 98 modifié.

ANNEXE I : ARRETE DU 2 FEVRIER 1998 MODIFIE

ARTICLE 1ER DE L'ARRETE DU 2 FEVRIER 1998

Le présent arrêté fixe les prescriptions applicables aux prélèvements et à la consommation d'eau ainsi qu'aux émissions de toute nature des installations classées pour la protection de l'environnement soumises à autorisation, à l'exclusion :

- des installations de combustion visées par l'arrêté du 20 juin 1975 et par l'arrêté du 27 juin 1990 et n'appartenant pas à une raffinerie de produits pétroliers et des turbines et moteurs;
- des carrières et des installations de premier traitement des matériaux de carrières;
- des cimenteries;
- des papeteries;
- des verreries et cristalleries;
- des installations de traitement (incinération, compostage...), stockage ou transit de résidus urbains ou de déchets industriels;
- des établissements d'élevage;
- des installations d'incinération de cadavres d'animaux de compagnie;
- des ateliers de traitement de surface.

(Arrêté du 03 mai 2000, article 1er)

"- des installations relevant de la rubrique 2551 (préparation, conditionnement de vin, la capacité de production étant supérieure à 20 000 hl/an) de la nomenclature des installations classées pour la protection de l'environnement."

L'arrêté préfectoral d'autorisation peut fixer, en tant que de besoin, des dispositions plus sévères que celles prescrites dans le présent arrêté.

Les dispositions particulières des arrêtés relatifs à des catégories d'installations spécifiques entrant dans le champ d'application du présent arrêté, restent applicables à ces catégories d'installations lorsqu'elles ne sont pas contraires aux dispositions ci-après.

ARTICLE 27 DE L'ARRETE DU 2 FEVRIER 1998

Sous réserve des dispositions particulières à certaines activités prévues par l'article 30 ci-après, les effluents gazeux respectent les valeurs limites suivantes selon le flux horaire maximal autorisé :

(Arrêté du 29 mai 2000, article 2)

"7 - Composés organiques volatils :

a) Rejet total de composés organiques volatils à l'exclusion du méthane :

Si le flux horaire total dépasse 2 kg/h, la valeur limite exprimée en carbone total de la concentration globale de l'ensemble des composés est de 110 mg/m³. L'arrêté préfectoral fixe, en outre, une valeur limite annuelle des émissions diffuses sur la base des meilleures techniques disponibles à un coût économiquement acceptable.

Dans le cas de l'utilisation d'une technique d'oxydation pour l'élimination COV, la valeur limite d'émission en COV exprimée en carbone total est de 20 mg/m³ si le rendement d'épuration est supérieur à 98 %.

La teneur en oxygène de référence pour la vérification de la conformité aux valeurs limites d'émission est celle mesurée dans les effluents en sortie d'équipement d'oxydation. Dans le cadre de l'étude d'impact prévue à l'article 3.4 du décret du 21 septembre 1977 susvisé, l'exploitant examine notamment la possibilité d'installer un dispositif de récupération secondaire d'énergie.

En outre, l'exploitant s'assurera du respect des valeurs limites d'émission définies ci-dessous pour les oxydes d'azote (NO_x), le monoxyde de carbone (CO) et le méthane (CH₄) :

NO_x (1) (en équivalent NO₂) : 100 mg/m³;

CH₄ : 50 mg/m³;

CO : 100 mg/m³.

Ces valeurs limites relatives à l'oxydation sont également applicables aux installations visées aux 19° à 35° de l'article 30 du présent arrêté, sauf si les valeurs limites spécifiées par les 19° à 35° de l'article 30 du présent arrêté sont plus sévères.

b) Composés organiques volatils visés à l'annexe III :

Si le flux horaire total des composés organiques visés à l'annexe III dépasse 0,1 kg/h, la valeur limite d'émission de la concentration globale de l'ensemble de ces composés est de 20 mg/m³.

En cas de mélange de composés à la fois visés et non visés à l'annexe III, la valeur limite de 20 mg/m³ ne s'impose qu'aux composés visés à l'annexe III et une valeur de 110 mg/m³, exprimée en carbone total, s'impose à l'ensemble des composés.

c) Substances à phrases de risque R 45, R 46, R 49, R 60, R 61 et halogénées étiquetées R 40, telles que définies dans l'arrêté du 20 avril 1994 susvisé :

Pour les émissions des composés organiques volatils halogénés étiquetés R 40, une valeur limite d'émission de 20 mg/m³ est imposée 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.

Le préfet peut accorder une dérogation aux prescriptions des deux précédents alinéas, si l'exploitant démontre, d'une part, qu'il fait appel aux meilleures techniques disponibles à un coût économique acceptable et, d'autre part, qu'il n'y a pas lieu de craindre de risque significatif pour la santé humaine et l'environnement.

d) Les installations dans lesquelles sont exercées deux ou plusieurs des activités visées par les 19° à 35° de l'article 30 du présent arrêté sont tenues de respecter les exigences prévues pour les substances indiquées au point c ci-dessus et, pour les autres substances :

- de respecter les dispositions des 19° à 35° de l'article 30 du présent arrêté, pour chaque activité prise individuellement;
- ou d'atteindre un niveau total d'émission ne dépassant pas celui qui aurait été atteint en application du tiret ci-dessus.

e) Mise en œuvre d'un schéma de maîtrise des émissions de COV :

Les valeurs limites d'émissions relatives aux COV définies au premier alinéa du a ci-dessus ne sont pas applicables aux rejets des installations faisant l'objet d'un schéma de maîtrise des émissions de COV, tel que défini ci-après.

Un tel schéma garantit que le flux total d'émissions de COV de l'installation ne dépasse pas le flux qui serait atteint par une application stricte des valeurs limites d'émissions canalisées et diffuses définies dans le présent arrêté.

Le schéma est élaboré à partir d'un niveau d'émission de référence (2) de l'installation correspondant au niveau atteint si aucune mesure de réduction des émissions de COV n'était mise en œuvre sur l'installation.

Les installations, ou parties d'installations, dans lesquelles sont notamment mises en œuvre une ou plusieurs des substances visées au point c peuvent faire l'objet d'un schéma de maîtrise des émissions.

Toutefois, les substances visées au point c, qui demeurent utilisées dans l'installation malgré la mise en œuvre du schéma de maîtrise des émissions, restent soumises au respect des valeurs limites prévues au c.

f) Dérogation aux valeurs limites d'émissions :

Pour les installations visées aux 19° à 35° de l'article 30, des dérogations peuvent être accordées aux valeurs limites d'émissions diffuses de COV, si l'exploitant démontre le caractère acceptable des risques pour la santé humaine ou l'environnement et qu'il fait appel aux meilleures techniques disponibles.

(1) Une dérogation à cette valeur pourra être accordée si les effluents à traiter contiennent des composés azotés (amines, amides...).

(2) Des guides techniques seront établis par le ministère chargé de l'environnement en concertation avec les professions concernées pour aider à la mise en place de tel schéma."

ARTICLE 28 DE L'ARRETE DU 2 FEVRIER 1998

Dans le cas où une installation rejette le même polluant par divers rejets canalisés, les dispositions de l'article 27 s'appliquent à chaque rejet canalisé dès lors que le flux total de l'ensemble des rejets canalisés et diffus dépasse le seuil fixé à l'article 27.

Article 28-1 de l'arrêté du 2 février 1998

(Arrêté du 29 mai 2000, article 3)

"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."

ARTICLE 30 DE L'ARRETE DU 2 FEVRIER 1998

Pour certaines activités, les dispositions des articles 27 et 29 sont modifiées ou complétées conformément aux dispositions suivantes :

25 – Utilisation de solvants dans la chimie fine pharmaceutique:

(Toute activité de synthèse chimique, fermentation, formulation et la présentation de produits chimiques finis ainsi que la fabrication des produits semi-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'émission 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) u 7° de l'article 27 sont remplacées par les dispositions suivantes :

La valeur limite d'émission non méthanique dans les rejets canalisés exprimée en carbone total, est de 20mg/m³. Toutefois, en cas d'utilisation d'une technique permettant la réutilisation du solvant récupéré, la valeur limite d'émission canalisée est portée à 150mg/m³, sauf en cas d'utilisation de composés mentionnés au c) du 7° de l'article 27.

Le flux annuel des émissions de 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 1^{er} janvier 2001. Les valeurs de 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 de solvants utilisés
- pour les installations autorisées à compter avant le 1^{er} janvier 2001, inférieures ou égales à 15% de la quantité annuelle totale de solvants utilisés.

ARTICLE 70 DE L'ARRETE DU 2 FEVRIER 1998

I. Les dispositions du 12° de l'article 33 relatives aux installations de traitement de matériaux visées à la rubrique n° 2515 sont applicables aux installations existantes à compter du 1er janvier 2000.

II. Les dispositions du 13° de l'article 33 relatives aux installations de traitement et de développement de surfaces photosensibles visées à la rubrique n° 2950 sont applicables aux installations existantes à compter du 1er janvier 2000.

III. Les dispositions de 14° de l'article 33 relatives aux valeurs limites de rejet des stations d'épuration mixtes sont applicables aux stations d'épuration mixtes existantes au plus tard :

- au 31 décembre 2000 pour les installations d'une capacité supérieure à 15 000 EH;
- au 31 décembre 2005 pour les installations d'une capacité comprise entre 10 000 et 15 000 EH;
- au 31 décembre 1998 dans le cas des dispositions spécifiques aux zones sensibles.

Les dispositions relatives à la surveillance des rejets énoncés par l'article 60 sont également applicables aux stations d'épuration mixtes existantes d'une capacité supérieure à 100 000 EH. Elles s'appliquent aux autres installations existantes à compter du 10 février 1999.

(Arrêté du 17 août 1998, article 2)

IV. Les dispositions des articles 36 à 42 relative à l'épandage des déchets ou des effluents sont applicables aux installations existantes, pour lesquelles une autorisation d'épandage est déjà donnée, à compter du 1er

janvier 2002, sauf pour l'épandage des boues issues des stations d'épuration des installations d'épuration, qui est interdit dans un délai de un an à compter de la publication du présent arrêté."

(Arrêté du 15 février 2000, article 10)

"V. Les dispositions du 8° de l'article 27 relatives aux rejets de métaux sont applicables aux installations existantes à compter du 1er janvier 2003.

Les dispositions relatives à la surveillance des rejets énoncées au 8° de l'article 59 et à l'article 63 s'appliquent aux installations existantes à compter du 1er janvier 2001.

(Arrêté du 29 mai 2000, article 6)

" Les dispositions relatives aux rejets de COV du 7° de l'article 27, de l'article 28-1, des 19° à 35° de l'article 30 et du 7° de l'article 59 sont applicables :

- aux installations autorisées après le 31 décembre 2000, dès leur mise en service et
- aux installations autorisées avant le 1er janvier 2001, au 30 octobre 2005 sauf mention contraire prévue aux points a et b ci-dessous.

a) Les installations autorisées avant le 1er janvier 2001 et dotées d'un équipement de traitement des émissions de COV, avant la publication du présent arrêté, et qui respectent les valeurs d'émission suivantes :

- en cas d'oxydation, 50 mg/m³ pour les COV exprimées en carbone total et les valeurs limites, pour les NO_x, le CO et le méthane, prévues au a du 7 de l'article 27 du présent arrêté, multipliées par un coefficient 1.5;
- pour les autres équipements de traitement, 150 mg/m³ pour les COV exprimées en carbone total, bénéficient jusqu'au 1er janvier 2012 d'une dérogation à l'application des valeurs limites d'émission des COV prévues au a du 7 de l'article 27, à condition que le flux total des émissions de l'ensemble de l'installation ne dépasse pas le niveau qui aurait été atteint si toutes les exigences contenues à l'article 30 étaient respectées.

b) Pour une installation autorisée avant le 1er janvier 2001 et sur laquelle est mis en oeuvre un schéma de maîtrise des émissions de COV tel que défini au e du 7° de l'article 27, mais qui est confrontée à des problèmes technico-économiques, le préfet peut accorder un report de l'échéance de mise en conformité de l'installation, dans la limite du 30 octobre 2007 et sur la base :

- d'un dossier justificatif déposé par l'exploitant avant le 1er janvier 2004 et
- d'un avis du Conseil supérieur des installations classées pour la protection de l'environnement."

(Arrêté du 15 février 2000, article 10)

"VI. Les dispositions du 1° de l'article 59 sont applicables aux installations existantes à compter du 1er juillet 2000."

ARTICLE 71 DE L'ARRETE DU 2 FEVRIER 1998

Les dispositions du 3° de l'article 30 et du 3° de l'article 33 ainsi que les 1°, 3° et 4° de l'article 27 et le 1er alinéa de l'article 67 ne sont pas applicables aux raffineries de produits pétroliers existantes et à leurs extensions. Ces dernières doivent respecter les dispositions ci-après :

1° Rejets dans l'air :

Les dispositions des 1°, 3° et 4° de l'article 27 sont remplacées par les dispositions suivantes :

Pour les unités existantes de craquage catalytique, la valeur limite de concentration pour les rejets de poussières totales est de 50 mg/m³. Pour les nouvelles unités de craquage catalytique, cette valeur limite de concentration est de 30 mg/m³.

Le rejet total d'oxydes de soufre ne doit pas dépasser le flux journalier correspondant à un rejet au taux moyen de 1 700 mg/m³ (exprimé en SO₂) sur la plate-forme pétrolière.

Le rejet total d'oxydes d'azote ne doit pas dépasser le flux journalier correspondant à un rejet au taux moyen de 500 mg/m³ (exprimé en NO₂) sur la plate-forme pétrolière.

Ces dispositions sont respectées à partir du 1er janvier 2000 et sans préjudice de l'application de l'arrêté ministériel du 27 juin 1990 relatif aux grandes installations de combustion.

2° Rejets dans l'eau :

selon les catégories définies au 3° de l'article 33, les flux polluants rapportés à la tonne mensuelle de produits entrants sont limités aux valeurs suivantes :

Catégorie de raffineries Flux massique maximal autorisé (17)	1	2	3
Débit d'eau (en m3/t)	0.25	0.65	1
MEST (en g/t)	6	15	25
DCO (en g/t)	25	65	100
DBO ₅ (en g/t)	6	15	25
Azote total (en g/t)	5	12.5	20
Hydrocarbures (en g/t)	1.2	3	4
Phénols (en g/t)	0.06	0.15	0.25

Les flux polluants rapportés à la tonne annuelle de produits entrants sont limités aux valeurs suivantes:

Catégorie de raffineries Flux massique maximal autorisé (17)	1	2	3
Débit d'eau (en m3/t)	0.2	0.5	0.8
MEST (en g/t)	5	12.5	20
DCO (en g/t)	20	50	80
DBO ₅ (en g/t)	5	12.5	20
Azote total (en g/t)	4	10	16
Hydrocarbures (en g/t)	1	2.5	3
Phénols (en g/t)	0.05	0.125	0.2

(15) Moyenne mensuelle

Ces dispositions sont applicables dans un délai de trois ans.

Le débit d'eau retenu est le débit cumulé des eaux de procédé et des eaux de purge des circuits fermés de refroidissement.

L'arrêté d'autorisation précise des valeurs limites en concentration pour les eaux de procédés.

3° Bruit :

En dérogation aux dispositions de l'article 47, les bruits émis par les installations ne sont pas à l'origine d'une émergence supérieure à 5 dB(A) pour les périodes de jour et de nuit, y compris les dimanches et jours fériés.

ANNEXE II : EXEMPLES D'APPLICATION DU SCHEMA DE MAITRISE DES EMISSIONS

Exemple N° 1 :

Cas d'une installation autorisée avant le 1^{er} janvier 2001 qui travaille 1 500 heures par an et qui met en œuvre 300 tonnes de solvants par an

Il s'agit d'une installation existante dans une société française. Dans chaque autre cas réel, les proportions des émissions canalisées et diffusées peuvent être très différentes.

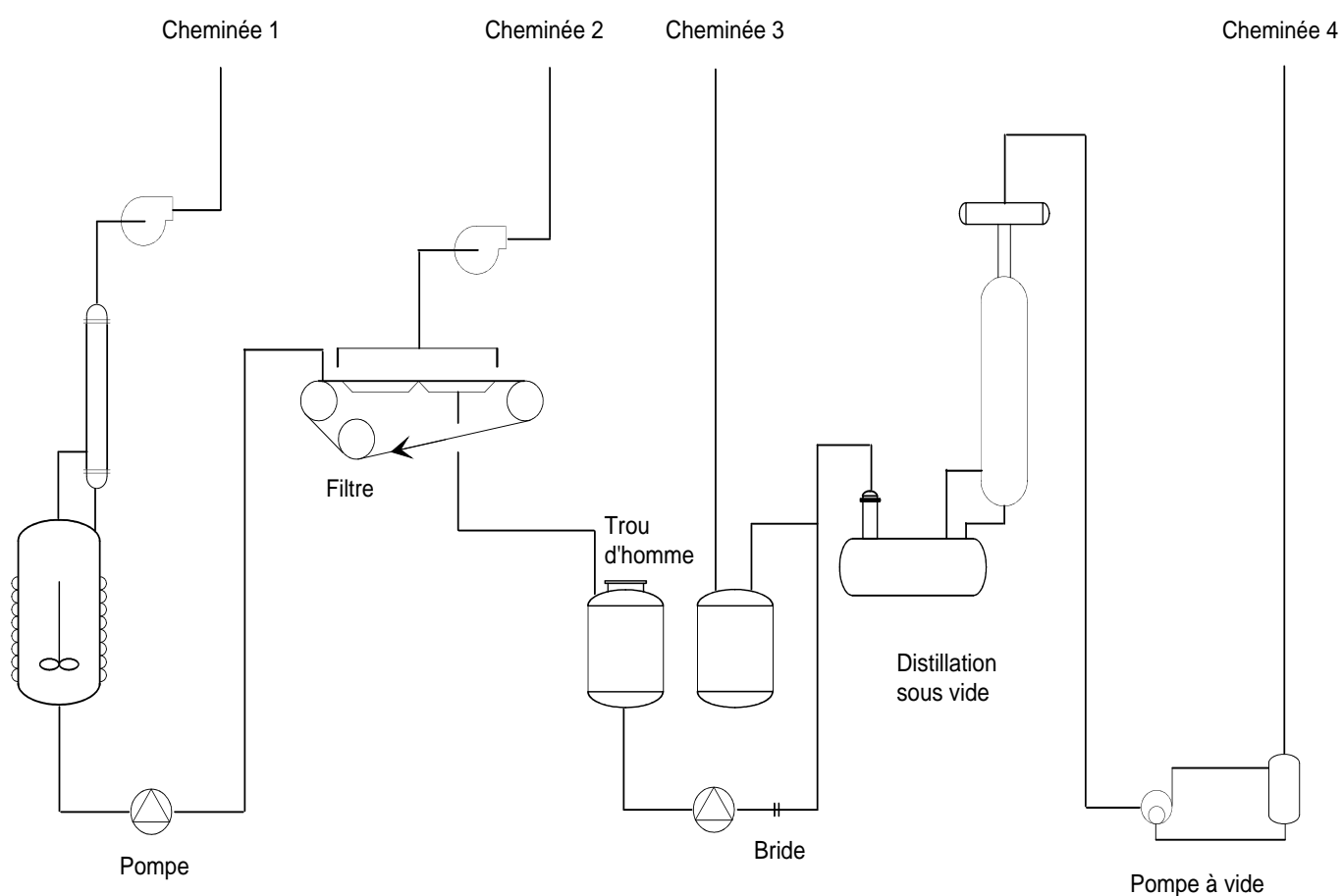


Tableau 1 : Flux des émissions de l'installation schématisée ci dessus avant mise en œuvre des mesures de réduction des émissions de COV.

	C en carbone total (concentration mesurée par FID)	Q (Débit)	Flux	Flux
CANALISEES	mg/Nm ³	Nm ³ /h	Kg/h	T/an
Cheminée 1	120	10 000	1,20	1,80
Cheminée 2	130	50 000	6,50	9,75
Cheminée 3	160	50	0,008	0,012
Cheminée 4	300 000	10	3,0	4,5
Total Canalisées			10,7	16,1
DIFFUS			kg/h	T/an
filtre			25,00	37,50
Pompe 1			0,05	0,075
Trou d'homme			0,40	0,60
Divers (brides, presse-étoupes.....)			5,00	7,50
Total Diffus			30,45	45,7
Total Canalisées+Diffus			41,2	61,8

Tableau 2 : Flux d'émissions cibles atteintes par l'application d'une valeur globale des émissions (canalisées et diffusées) de 15% de la quantité de solvants utilisés fixée par circulaire :

Application d'un taux de 15%

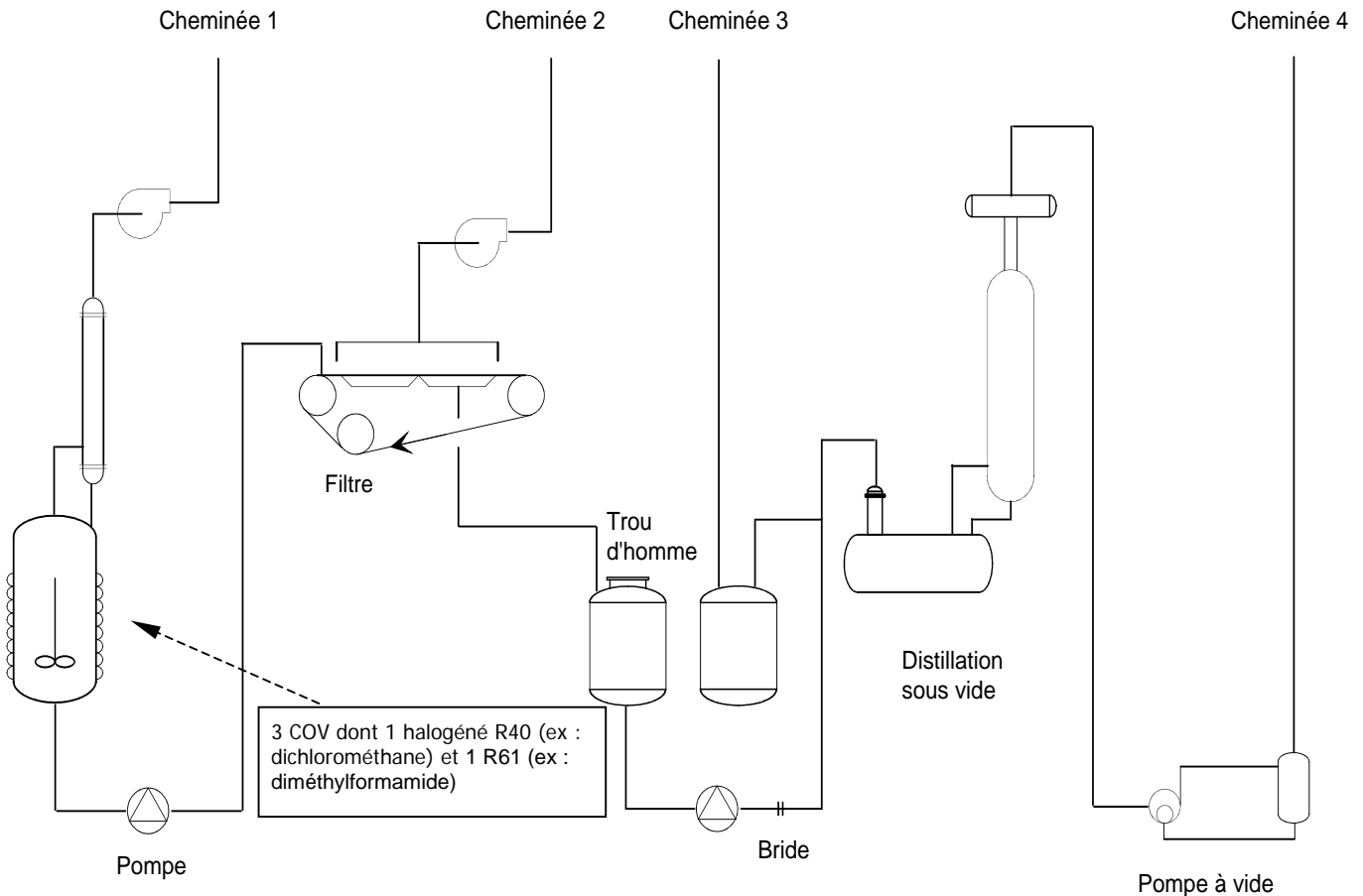
	Quantité annuelle de solvants mis en œuvre	Taux appliqué diffus +canalisés	Flux
	Tonnes	%	T/an
Total Canalisées+Diffus	300	15	45

Tableau 3 : Flux d'émissions atteintes par l'application d'un SME (Traitement dans ce cas des émissions du filtre plan)

	C (concentration en carbone)	Q (Débit)	Flux	Flux
CANALISEES	mg/Nm ³	Nm ³ /h	Kg/h	T/an
Cheminée 1	120	10 000	1,20	1,80
Cheminée 2	130	50 000	6,50	9,75
Cheminée 3	160	50	0,008	0,012
Cheminée 4	300 000	10	3,00	4,50
Total Canalisées			10,7	16,1
DIFFUS			Kg/h	T/an
Filtre			0,10	0,15
Pompe 1			0,05	0,075
Trou d'homme			0,40	0,60
Divers (brides, presse étoupes....)			5,00	7,5
Total Diffus			5,6	8,3
Total Canalisées+Diffus			16,3	24,4

Exemple N° 2 :

Présence d'un ou plusieurs COV particuliers en un point d'émission



Dans le cas où des COV particuliers seraient présents, par exemple en sortie de la cheminée 1, on mesurera en plus de la concentration des COV totaux exprimée en C total (ici $120\text{mg}/\text{Nm}^3$), la concentration de chacun de ces composés (par adsorption ou autre méthode)

	C en carbone total (concentration mesurée par FID)	Q (Débit)	Flux	Flux
CANALISES	mg/Nm ³	Nm ³ /h	Kg/h	T/an
Cheminée 1	120	10 000	1,20	1,80
Cheminée 2	130	50 000	6,50	9,75
Cheminée 3	160	50	0,008	0,012
Cheminée 4	300 000	10	3,0	4,5
Total Canalisés			10,7	16,1
<i>Dont COV particuliers</i>	<i>Concentration mesurée en masse de composé et en mg/m³</i>		<i>Flux</i>	
<i>Cheminée 1</i>	<i>mg/m³</i>		<i>g/h</i>	
<i>Dichlorométhane ou C3 (halogéné R40)</i>	30		300	
<i>Diméthylformamide ou TR2 (R61)</i>	5		50	
DIFFUS			kg/h	T/an
filtre			25,00	37,50
Pompe 1			0,05	0,075
Trou d'homme			0,40	0,60
Divers (brides, presse-étoupes.....)			5,00	7,50
Total Diffus			30,45	45,7
Total Canalisés+Diffus			41,2	61,8

Les valeurs de concentration des COV particuliers se situent au delà des VLE_C de 20 mg/Nm³ pour les halogénés R40 et de 2mg/Nm³ pour les R61.

L'application d'un SME n'exonère pas du respect des valeurs limites d'émission pour ces composés particuliers. Celles-ci devront être (au plus tard au 30 octobre 2005 pour les installations existantes) :

COV particuliers	Concentration mesurée en masse de composé et en mg/m ³
Composé C3 (halogéné R40)	20
Composé TR2 (R61)	2

Dans le cas de la présence d'un second composé halogéné R40 c'est la somme des concentrations des deux composés qui doit respecter la limite réglementaire :

$$C3+C'3 \leq 20\text{mg/m}^3$$

Dans le cas de la présence d'un second composé classé R45, R46, R49, R60 ou R61, c'est la somme des concentrations des deux composés qui doit respecter la limite réglementaire :

$$TR2+TR'2 \leq 2\text{mg/m}^3$$

Actions d'abattement données à titre indicatif sans évaluation du rapport coûts-résultats:

Elles concernent l'amélioration du système de condensation des vapeurs en particulier celles du dichlorométhane, solvant très volatil :

- Remplacement du condenseur acier par un condenseur graphite (meilleur échange thermique)
- Utilisation d'un liquide réfrigérant de plus basse température, (-)10°C au lieu de 0°C par exemple

ANNEXE III : EXEMPLE DE PLAN DE GESTION DE SOLVANTS

Le choix de l'option SME suppose une connaissance exhaustive des entrées et sorties de solvants dans l'installation. Le plan de gestion de solvants est l'un des outils adapté à cet objectif.

1. BILAN SOLVANTS DE L'ANNEE

▪ Entrées

- solvants
- solvants régénérés (en externe)
- solvants en mélange ou solution
- variation des stocks
-

▪ Sorties

- solvants dans les déchets expédiés en centres de traitement (estimation d'après analyses des centres et analyses internes, et en tenant compte des variations de stocks)
- solvants résiduels pour cession/régénération
- solvants en mélange ou solution
- solvants consommés par les réactions chimiques
-

Estimation des émissions totales à l'atmosphère : Σ entrées - Σ sorties

Consommation de solvants de l'année : Σ entrées

Quantité de solvants mis en œuvre : Σ entrées + Σ recyclés en interne

Ratio en % : émissions totales / solvants mis en œuvre – doit être ≤ 15 % pour être en conformité.

Nota : Bilan le cas échéant sur solvants particuliers.

2. PRINCIPALES SOURCES D'EMISSIONS IDENTIFIEES

▪ Opérations

Séchage : estimations des pertes par bilan massique
Quantité avant – Quantité après – solvants récupérés
Concentration sous vide : estimations par bilan massique et/ou mesures à l'émission

▪ Synthèse

Ensemble d'un procédé : estimations plus globale par bilan solvants sur une fabrication, une campagne de fabrication d'un même produit.

▪ Autres

D'une façon générale, bilans, analyses (mesures à l'émission) sur opération ou synthèse occasionnant le plus d'émissions.

1) ACTIONS VISANT A REDUIRE LA CONSOMMATION ET LES EMISSIONS

▪ **Sur les procédés**

Recherche et étude pour limiter les quantités utilisées, remplacer les solvants très volatiles, éviter des opérations génératrices d'émissions (concentration sous-vide ...).
Recherche de substitution des solvants particuliers.

▪ **Sur les équipements**

- Remplacement d'étuves par des sécheurs sous-vide avec récupération des solvants.
- Remplacement des filtres ouverts par des filtres clos
- Contrôle, régulation de l'inertage.
- Amélioration des systèmes de condensation (condenseurs, fluides, puissance de refroidissement).

.....
.....

Pour toutes ces actions, évaluées la part du réalisé et la part du programme de réduction à réaliser dans le cadre du SME mis en place.

ANNEXE IV : Calculs des coûts de remplacement d'étuves ventilées

Les coûts suivants de remplacement d'étuves ventilées, émettrices de COV, par des systèmes de séchage permettant de réduire les émissions de COV peuvent être donnés. Ils ne sont pas généralisables.

Investissement de 2 783 k € pour des émissions de COV évitées de 73 t / an environ, se répartissant ainsi :

	Investissement – k €	Quantité de COV évité en t/an
Sécheur à lit fluidisé, pour produit avec 35 % de solvant	1140	56
Réacteur agité pour produit contenant 10 % de solvant	640	16
Sécheur rotatif pour produit contenant 10 % de solvant	1006	1

Le montant de l'investissement moyen s'élève à 37.2 k€/t COV évitée.

Avec un taux d'intérêt de 8 % et 10 ans de période d'amortissement, un coût total annuel de 415 k € peut être considéré, soit 5.5 k € / t COV évitée.

Le coût de remplacement de ces appareils, ne peut cependant pas être attribué en totalité au traitement des COV. En effet, ces nouveaux équipements permettent de répondre également à des contraintes de production et améliorent dans certains cas aussi les conditions de sécurité.

ANNEXE V : Estimation des coûts de la réduction des émissions de COV

Les coûts engendrés par l'équipement en techniques secondaires ont deux origines :

- Collecte des événements : cette collecte peut être nécessaire pour les ateliers existants.
- Coûts liés au dispositif de réduction secondaire.

Des fourchettes de coûts ont été établis et sont repris dans ce guide.

Les fourchettes de coûts obtenus sont très larges :

- **Investissements :**

Equipements de production	: 38 k€/ t COV éliminée.
Captation des événements	: 1.4 à 12 k€/ t COV captée.
Incinération thermique et traitement des gaz acides	: 6 k€/ t COV éliminée.
Condenseurs cryogéniques	: 1.6 à 29 k€/ t COV éliminée.
Incinération combinée des COV avec déchets	: 0.5 k€/ t COV éliminée.

- **Coûts d'exploitation :**

Incinération thermique et traitement des gaz acides	: 0.6k€/ t COV éliminée.
Condenseurs cryogéniques	: 0.3 à 1.6 k€/ t COV éliminée.
Incinération combinée des COV avec déchets	: 0.1 k€/ t COV éliminée.
Mesures en continu et périodiques	: 0.4 k€/ t COV éliminée.

- **Coût total annuel (selon hypothèses du CITEPA : 10 ans en durée d'amortissement, taux d'intérêt de 8 %) :**

Equipements de production	: 5.5k€/t COV éliminée.
Captation des événements	: 0.2 à 1.8k€/t COV captée.
Incinération thermique et traitement des gaz acides	: 1.5k€/t COV éliminée.
Condenseurs cryogéniques	: 0.6 à 5.8k€/t COV éliminée.
Incinération combinée des COV avec déchets	: 0.2k€/t COV éliminée.

Aucune technique n'est généralisable à tous les procédés même lorsqu'ils semblent être similaires. Les techniques seront définies par les meilleures techniques disponibles, des informations sont disponibles dans les documents suivants disponibles sur le site <http://eippcb.jrc.es>, dans le cadre des travaux d'élaboration des guides BREF.

- "Common Waste Water and Waste Gas Treatment / Management Systems in the Chemical Sector" - Février 2003
- "Organic Fine Chemicals (OFC) » – En cours de rédaction