



Guide d'application de la méthode d'estimation des émissions fugitives de COV aux équipements et canalisations

Version 1

Ministère de l'Ecologie et du Développement Durable

M. DURIF

*Unité Qualité de l'Air
Direction des Risques Chroniques*

AVRIL 2004

Guide d'application de la méthode d'estimation des émissions fugitives aux équipements et canalisations

Version 1

Ministère de l'Ecologie et du Développement Durable

AVRIL 2004

MARC DURIF

Ce document comporte 24 pages (hors couverture et annexes).

| | Rédaction | Vérification | Approbation |
|----------------|---------------------|---------------------|--|
| NOM | Marc DURIF | Serge COLLET | Rémi PERRET |
| Qualité | Ingénieur de la DRC | Ingénieur de la DRC | Responsable de l'Unité Qualité de l'Air |
| Visa | | | |

TABLE DES MATIERES

| | |
|---|-----------|
| 1. INTRODUCTION..... | 4 |
| 2. DESCRIPTION DES MÉTHODES PAR CORRELATION | 7 |
| 2.1 Courbes de corrélation génériques..... | 8 |
| 2.2 Courbes de corrélation spécifiques | 13 |
| 2.3 Points particuliers..... | 14 |
| 2.3.1 Equipements faisant l'objet de mesure..... | 14 |
| 2.3.2 Spéciation des émissions..... | 14 |
| 2.3.3 Utilisation des facteurs de réponse | 15 |
| 3. MISE EN ŒUVRE..... | 17 |
| 3.1 Identification..... | 17 |
| 3.2 Mesure de la concentration de fuite | 17 |
| 3.2.1 Matériel de mesure | 18 |
| 3.2.1.1 Spécifications | 18 |
| 3.2.1.2 Calibrage et performances..... | 19 |
| 3.2.1.2.1 Calibrage de l'analyseur..... | 19 |
| 3.2.1.2.2 Facteur de réponse | 19 |
| 3.2.1.2.3 Temps de réponse..... | 20 |
| 3.2.2 Procédure d'échantillonnage..... | 20 |
| 3.2.2.1 Vannes..... | 21 |
| 3.2.2.2 Brides et autres raccords | 21 |
| 3.2.2.3 Pompes et compresseurs | 21 |
| 3.2.2.4 Clapets de surpression (soupape de sécurité)..... | 21 |
| 3.2.2.5 Drains de procédés..... | 21 |
| 3.2.2.6 Conduites ou vannes ouvertes | 21 |
| 3.2.2.7 Événements de dégazage de systèmes d'étanchéité et événements d'accumulateurs.... | 21 |
| 3.2.2.8 Joints d'étanchéité de portes d'accès | 21 |
| 3.3 Courbes de corrélation | 22 |
| 3.4 Traitements informatiques..... | 22 |
| 3.5 Reporting | 22 |
| 4. CONCLUSIONS | 24 |

1. INTRODUCTION

Ce guide vient en complément de la circulaire du 29 mars 2004 : « Mesure et réduction des émissions fugitives de COV dans le secteur de la pétrochimie et de la chimie organique ». Il se propose d'offrir une aide aux inspecteurs des DRIRE pour suivre la bonne mise en œuvre des opérations d'estimation des émissions fugitives.

Il décrit succinctement deux méthodes recommandées par l'agence de protection de l'environnement américaine (US EPA) pour estimer les émissions fugitives des équipements et canalisations.

Elles ont été initialement développées afin de disposer d'un outil d'optimisation des opérations de maintenance (changement des joints ou autres pièces fuyardes) permettant la recherche et la hiérarchisation des fuites (LDAR: **L**eak **D**etection **A**nd **R**epair control effectiveness).

Elles reposent sur l'exploitation statistique de campagnes de mesures au cours desquels chaque équipement fait l'objet d'une mesure de concentration sur les différents points de fuite (concentration de fuite), puis d'une détermination de flux massique par **l'ensachage de la source** (figure 1). Cette opération de confinement est la **seule étape de la méthodologie qui permet de mesurer réellement le flux de COV à la source**.



Figure 1 : Exemple d'ensachage sur une vanne

L'ensachage étant une opération particulièrement lourde à mettre en œuvre, il est recherché des relations mathématiques (courbes de corrélation) reliant : les types d'équipements, les fluides, les concentrations de fuite mesurées et les flux mesurés. Ces courbes de corrélations ne permettent pas une quantification rigoureuse des émissions fugitives de COV. Le **flux de COV (kg/h)** est **estimé en fonction** des **types d'équipements** rencontrés et de la **concentration de fuite** (ppm de produit) mesurée (figure 2).

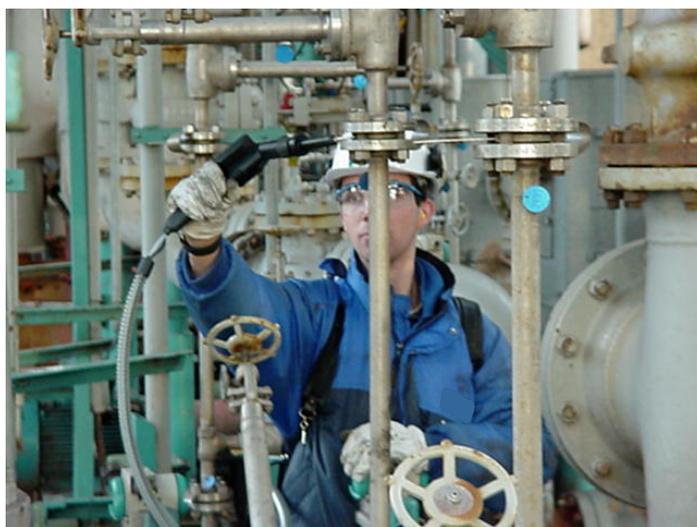


Figure 2 : Exemple de mesure de la concentration de fuite sur une bride

Deux types de courbes existent :

- **Les corrélations génériques** (§ 2.1) issues de l'exploitation statistique des résultats de vastes campagnes de mesures réalisées sur des installations américaines entre les années 50 et 80 puis 90. L'application de ces corrélations à d'autres types de matériel (différence entre les équipements employés aux Etats-Unis et en Europe, évolution des équipements entre les années 1980-1990 et aujourd'hui) est un facteur d'incertitude.
- **Les corrélations spécifiques** (§ 2.2) qui doivent être développées spécifiquement pour les équipements d'une installation donnée. Si ces courbes peuvent être plus fiables que les corrélations génériques, elles nécessitent néanmoins de réaliser un grand nombre d'opérations d'ensachages qui mobilisent des moyens très importants.

Ces deux méthodes sont décrites dans la référence suivante : 1995 Protocol for Equipment Leak Emission Estimates (EPA-453 / R-95-017) disponible en ligne sur :

www.epa.gov/ttn/chief/efdocs/lks95_ch.pdf (document principal)

www.epa.gov/ttn/chief/efdocs/lks95_ap.pdf (annexes).

Notons que la méthode de référence numéro 21 de l'US EPA (EPA 21) décrit uniquement l'opération de mesure de concentration de fuite.

Malgré l'incertitude quantitative de ces deux méthodes, elles sont à ce jour, les meilleures techniques disponibles pour comparer dans le temps ou l'espace les flux de ce type d'émissions fugitives.

Au niveau européen, le groupe de normalisation du CEN TC264 WG17 envisage de recommander cette méthode pour l'estimation des émissions fugitives de COV sur des sites de l'industrie chimique, pétrochimique et de raffinage. Les travaux du CEN consistent en une retranscription de la méthode développée aux Etats Unis. Ils prendront en compte les évolutions techniques sur le plan de l'instrumentation (mesure des concentrations de fuite). Le CEN souhaite également encadrer très précisément les conditions de la mise en œuvre de cette méthode.

Il s'agit notamment de définir des règles communes et strictes en ce qui concerne la mesure, les méthodes de calcul utilisées pour traduire la mesure de concentration de fuite en flux, mais également les règles comptables pour estimer le flux annuel. Les quantités estimées par cette méthode sont en effet très dépendantes des conditions de sa mise en œuvre. Les travaux du CEN seront complétés par une évaluation de l'incertitude qualitative évaluée sur la base d'une campagne d'intercomparaison entre cinq laboratoires intervenant sur un jeu de 200 points fuyards identiques d'une même installation (tests de répétabilité et de reproductibilité). Faute de moyen suffisant, rien ne sera fait pour évaluer la justesse de la méthode.

Cette étape est nécessaire à l'harmonisation des pratiques pour une comparaison qualitative (comparaison, évolution) des résultats des flux d'émissions fugitives estimés par cette méthode, tant au niveau local (site industriel) qu'international (secteur industriel).

Ce guide sera mis à jour en fonction de l'avancement du groupe de normalisation du CEN (TC 264 WG 17) et des remarques des utilisateurs.

2. DESCRIPTION DES METHODES PAR CORRELATION

L'utilisation de courbes de corrélation génériques ou spécifiques n'implique pas le même nombre d'opération sur le terrain (figure 3).

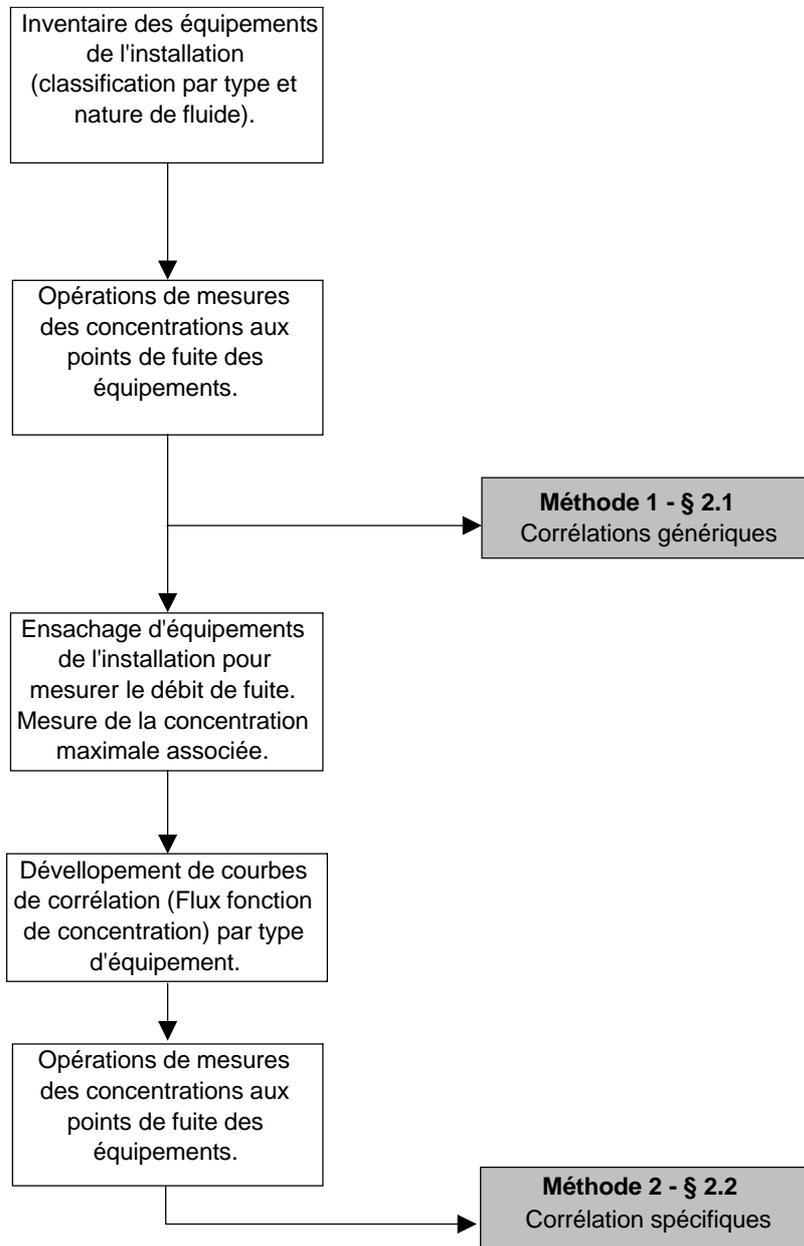


Figure 3 : Schéma de principe de la mise en œuvre des deux méthodes d'estimation par corrélation.

Les courbes de corrélations sont définies en fonction de différents types de fluide :

- Gaz : composé très volatil dans l'air ambiant, à l'état gazeux dans les conditions opératoires du procédé et dans l'atmosphère.
- Liquide léger : composé volatil dans l'air ambiant, à l'état liquide dans les conditions opératoires du procédé et à l'état gazeux dans l'atmosphère.

La circulaire s'applique au fluide contenant plus de 10% en masse de COV et dont la tension de vapeur est supérieure ou égale à 0.3 kPa à une température de 293.15 K.

Ces méthodes sont basées sur des mesures de concentrations de fuite réalisées avec des appareils qui détectent tous les composés organiques (méthane, non-méthane et composés ayant une tension de vapeur inférieure à 0.3 kPa à une température de 293.15 K). Il est donc important de corriger les résultats en prenant en compte la part des COV présents dans le fluide dont la tension de vapeur est supérieure ou égale à 0.3 kPa à une température de 293.15 K.

2.1 COURBES DE CORRELATION GENERIQUES

Dans cette méthode d'évaluation, **le flux d'émission fugitive de chaque équipement est évalué** grâce à une équation mathématique qui donne l'émission massique totale de COV en fonction de la concentration de COV mesurée aux points de fuite. Ces courbes de corrélation ont été déterminées pour les secteurs de la chimie (SOCMI) et de l'industrie du pétrole. Deux exemples de ces courbes de corrélation sont donnés sur les figures 4 et 5. On peut remarquer la grande dispersion des points (échelle logarithmique).

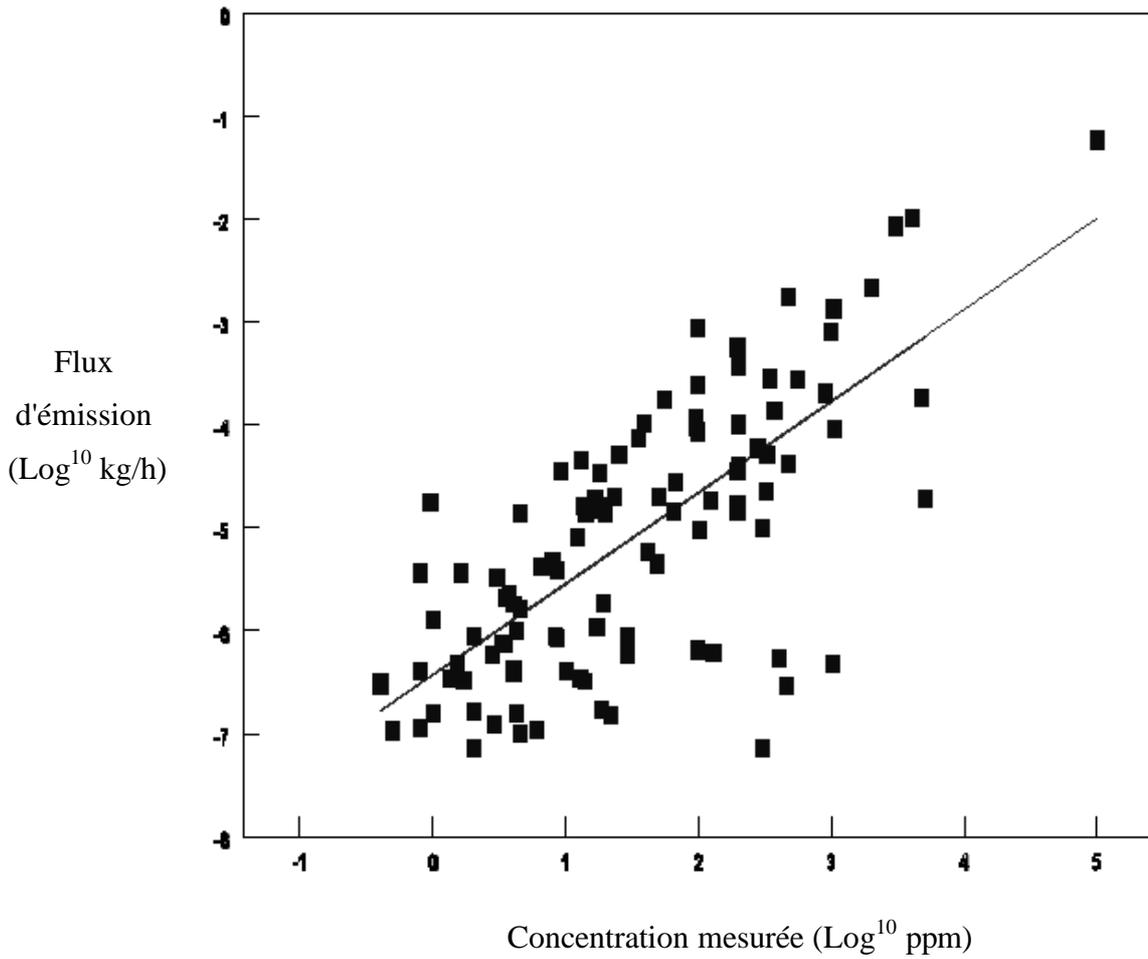


Figure 4 : Corrélation flux d'émission / concentrations de fuite mesurées pour les connecteurs (SOCMI)

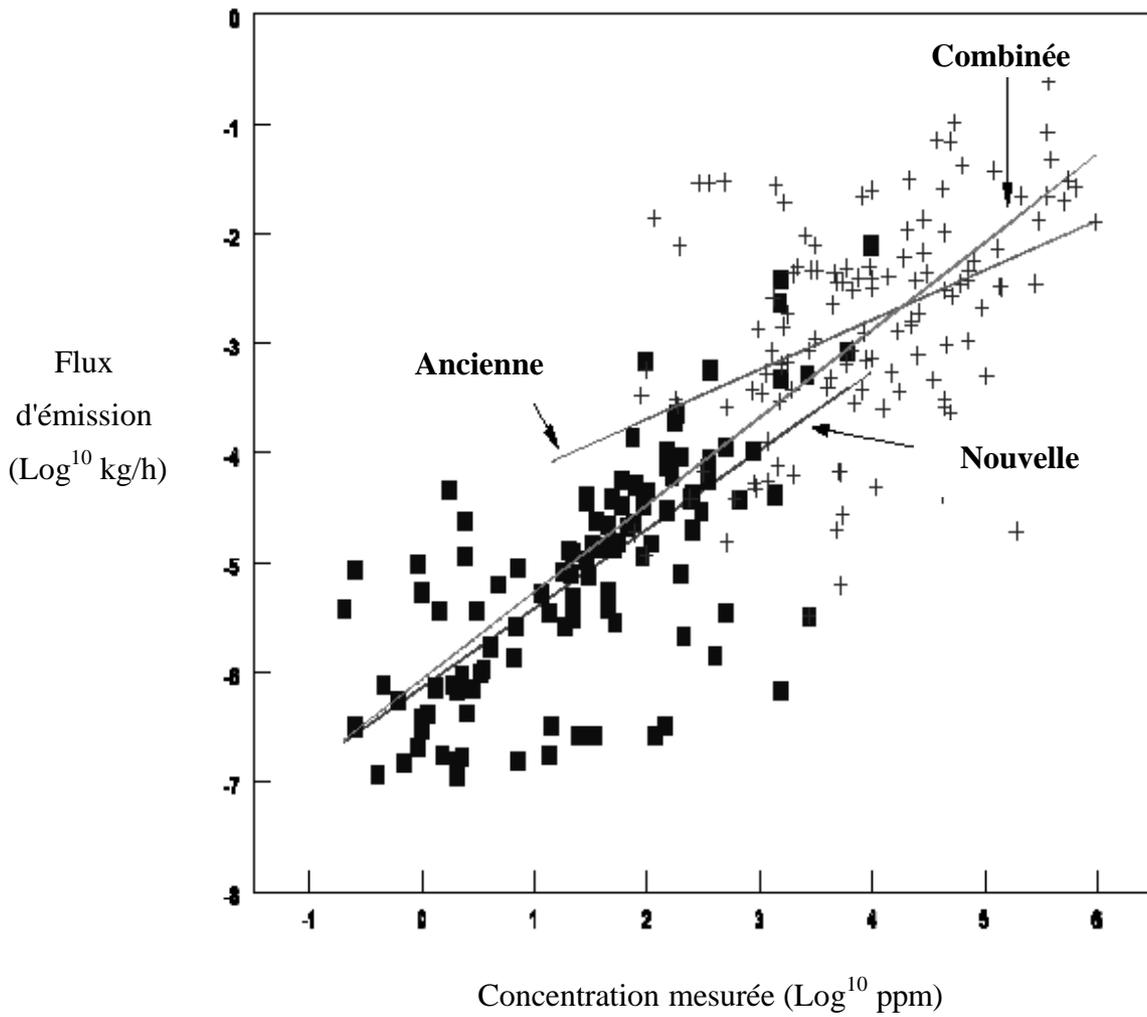


Figure 5 : Corrélation flux d'émission / concentrations de fuite mesurées pour les pompes traversées par des fluides légers (SOCMI) – Les termes "Ancienne", "Nouvelle" et "Combinée" correspondent aux résultats de différentes mises à jour des corrélations.

Pour prendre en compte les très faibles et fortes teneurs en COV souvent non mesurables (teneurs inférieures ou égales au bruit de fond, gamme de mesure limitée de l'analyseur), ces courbes sont complétées par deux valeurs : le **flux d'émission zéro** et le **flux d'émission à saturation** (tableaux 1 et 2).

Le flux d'émission zéro est utilisé si la limite de détection de l'analyseur utilisé se situe à 1 ppm ou moins, au-dessus du bruit de fond. Dans le cas où elle se situerait à plus de 1 ppm, le flux d'émission zéro est pris égale au flux de fuite calculé avec la courbe de corrélation ad hoc et une concentration de fuite prise égale à 50% de la limite de détection de l'analyseur.

Le flux d'émission à saturation utilisé est fixé en fonction du niveau de saturation de l'instrument de mesure : soit 100 000 ppm soit 10 000 ppm. L'utilisation d'un système de dilution permet d'éviter d'utiliser ces valeurs par défaut jusqu'à 100 000 ppm. Afin d'éviter l'utilisation de ce type de systèmes, les appareils utilisés devront si possible avoir une gamme de mesure s'étendant jusqu'à 100 000 ppm.

| Equipement | Fluide | Flux d'émission (kg / h / source) ^b | | | |
|---------------------|---------------|--|-------------------------------------|-------------------------|-------------|
| | | Zéro | Corrélation ^a | Saturation | |
| | | | | 10 000 ppm ^d | 100 000 ppm |
| Vannes | Gaz | 6,6.10 ⁻⁷ | $f = 1,87.10^{-6} \times C^{0.873}$ | 0,024 | 0,11 |
| | Liquide léger | 4,9.10 ⁻⁷ | $f = 6,41.10^{-6} \times C^{0.797}$ | 0,036 | 0,15 |
| Pompes ^c | Liquide léger | 7,5.10 ⁻⁶ | $f = 1,90.10^{-5} \times C^{0.824}$ | 0,14 | 0,62 |
| Connecteurs | Tout fluide | 6,1.10 ⁻⁷ | $f = 3,05.10^{-6} \times C^{0.885}$ | 0,044 | 0,22 |

a : f = flux d'émission (kg de COV/h/point) ; C = concentration de fuite mesurée (ppm de COV).

b : Flux de COV méthane et non méthane

c : Applicable également aux joints de compresseurs, vannes de surpression, joints d'agitateur, pompes traversées par des liquides lourds

d : Le flux d'émission à 10 000 ppm s'applique uniquement lorsqu'un système de dilution ne peut être utilisé ou dans le cas où de précédentes mesures ont révélé des concentrations de saturation de 10 000 ppm.

Tableau 1 : Flux d'émissions de la méthode par corrélation – SOCMI

| Equipement | Fluide | Flux d'émission (kg / h / source) ^b | | | |
|---------------------|-------------|--|--|-------------------------|--------------------|
| | | Zéro ^d | Corrélation ^a | Saturation | |
| | | | | 10 000 ppm ^e | 100 000 ppm |
| Vannes | Tout fluide | 7,8.10 ⁻⁶ | f = 2,29.10 ⁻⁶ x C ^{0.746} | 0,064 | 0,140 |
| Joints de pompe | Tout fluide | 2,4.10 ⁻⁵ | f = 5,03.10 ⁻⁵ x C ^{0.610} | 0,074 | 0,160 ^f |
| Autres ^c | | 4,0.10 ⁻⁶ | f = 1,36.10 ⁻⁵ x C ^{0.589} | 0,073 | 0,110 |
| Connecteurs | Tout fluide | 7,5.10 ⁻⁶ | f = 1,53.10 ⁻⁶ x C ^{0.735} | 0,028 | 0,030 |
| Brides | Tout fluide | 3,1.10 ⁻⁷ | f = 4,61.10 ⁻⁶ x C ^{0.703} | 0,085 | 0,084 |
| Conduites ouvertes | Tout fluide | 2,0.10 ⁻⁶ | f = 2,20.10 ⁻⁶ x C ^{0.704} | 0,030 | 0,079 |

a : f = flux d'émission (kg de COV/h/point) ; C = concentration de fuite mesurée (ppm de COV).

b : Flux de COV méthane et non méthane

c : Déterminés à partir des données concernant l'instrumentation, les bras de chargement, les vannes de surpression, les ventilations.... Ces flux moyens sont applicables à tous les équipements autres que ceux donnés dans ce tableau.

d : Ces flux d'émission ont été déterminés sur la combinaison des données de 1993 concernant le raffinage et les terminaux de distribution.

e : Le flux d'émission à 10 000 ppm s'applique uniquement lorsqu'un système de dilution ne peut être utilisé ou dans le cas où de précédentes mesures ont révélé des concentrations de saturation de 10 000 ppm. Le flux d'émission à 10 000 ppm provient d'équipements dont la concentration de fuite était supérieure ou égale à 10 000 ppm. Cependant, dans certain cas les données peuvent provenir d'équipements dont la concentration de fuite se situait au-dessus de 100 000 ppm. Ceci conduit à des flux à saturation similaires pour 10 000 ou 100 000 ppm (exemple : connecteurs et brides).

f : Seuls deux données étaient disponibles pour déterminer le flux d'émission à saturation des joints de pompes à 100 000 ppm. Il a donc été estimé en multipliant le flux d'émission à saturation à 100 000 ppm de tous les équipements par le rapport du flux d'émission à saturation à 10 000 ppm des joints de pompes sur le flux d'émission à saturation à 10 000 ppm de tous les équipements.

Tableau 2 : Flux d'émissions de la méthode par corrélation – Raffineries (Révisés)

La circulaire excluant le méthane, dans le cas où les concentrations de fuite sont mesurées avec un analyseur type COV totaux (méthane et non méthane) les flux d'émissions de COV devront être corrigés :

$$f_{COVnon-méthanique} (kg / h / source) = f_{COVtotaux} (kg / h / source) \times \frac{W_{COVT} (\%) - W_{CH_4} (\%)}{W_{COVT} (\%)}$$

avec, f : Flux d'émission pour un type d'équipement.

W_{COVT} : Pourcentage massique moyen de COVT dans le fluide.

W_{CH4} : Pourcentage massique moyen de CH₄ dans le fluide.

Pour un même type d'équipement, traversé par un même type de fluide, le flux horaire de COV de l'ensemble des équipements (F) est calculé avec la formule suivante :

$$F(\text{kg} / \text{h}) = f(\text{kg} / \text{h} / \text{source}) \times W_{\text{COV}}(\%) \times N$$

avec, f : Flux d'émission pour un type d'équipement.
 W_{COV} : Pourcentage massique moyen de COV dans le fluide.
 N : Nombre d'équipements identiques traversés par le fluide considéré.

La quantité émise sur une période donnée est fonction du nombre d'heures pendant lequel l'équipement est traversé par le fluide.

2.2 COURBES DE CORRELATION SPECIFIQUES

Il s'agit ici d'estimer les flux d'émissions fugitives non plus au moyen de courbes de corrélation génériques mais à l'aide de courbes développées spécifiquement pour une installation donnée. Cette approche nécessite de réaliser une campagne de mesure des concentrations générées par chacune des fuites d'équipement et d'y associer un flux d'émission (technique de l'ensachage). Un nombre minimum de couples (concentration, flux d'émission) est nécessaire pour construire une courbe de corrélation statistiquement représentative des équipements de l'installation.

Il est recommandé de réaliser une évaluation de la gamme de répartition des concentrations de fuites pour les différents fluides utilisés et les différents équipements constituant l'unité. Il faut ensuite **déterminer le flux d'émission en prenant soin d'évaluer au moins six équipements (choisis au hasard) dont la concentration de fuite fait partie d'une même gamme de concentration.**

Les gammes sont les suivantes :

- 1-100
- 101 – 1 000
- 1001 – 10 000
- 10 001 – 100 000
- > 100 000.

La construction d'une courbe de corrélation est réalisée en utilisant une fonction logarithmique, ce type de population (concentration de fuite, flux d'émission) étant distribuée suivant cette loi.

Compte tenu du coût de telles études, il est recommandé de vérifier si les corrélations génériques ne sont pas suffisamment représentatives d'une installation avant de construire ses propres courbes. Ceci peut-être réalisé par une petite campagne d'essai sur, par exemple, quatre équipements d'une unité.

2.3 POINTS PARTICULIERS

2.3.1 Equipements faisant l'objet de mesure

Tous les équipements traversés par un fluide, contenant plus de 10% en masse de COV et dont la tension de vapeur est supérieure ou égale à 0.3 kPa (293.15 K), doivent faire l'objet de mesure de concentrations de fuite. Sont cependant écartés de cette obligation :

- les équipements sous vide,
- les équipements inaccessibles pour des raisons de contraintes logistiques trop fortes (échafaudages, démontage de gaines isolantes..) ou de sécurité.

Les émissions des équipements écartés de la campagne de mesure seront évaluées en leur affectant la moyenne des flux déterminés sur les équipements équivalents accessibles. Conformément à la circulaire, cette estimation se fera faite sur la base des mesures réalisées lors de la campagne initiale.

2.3.2 Spéciation des émissions

Ces différentes approches permettent d'évaluer les quantités de COV émises. Il est possible de recalculer l'émission d'un COV particulier en faisant l'hypothèse que la composition massique de la fuite est identique à celle du fluide traversant l'équipement (cette hypothèse est généralement vérifiée pour les fluides monophasiques contenant des mélanges de gaz ou de liquides de volatilité proche). Le flux horaire (F_i) d'un composé spécifique, i , est calculé ainsi :

$$F_i (kg / h) = F (kg / h) \times \frac{W_i (\%)}{W_{COV} (\%)}$$

- avec,
- F : Flux horaire de COV de l'ensemble des équipements.
 - F_i : Flux horaire d'un composé i de l'ensemble des équipements
 - W_{COV} : Pourcentage massique moyen de COV dans le fluide
 - W_i : Pourcentage massique moyen de composé i dans le fluide

2.3.3 Utilisation des facteurs de réponse

Les détecteurs des analyseurs de COV sont plus ou moins sensibles aux différentes espèces chimiques composant la famille des COV. On parle de facteur de réponse (FR) des analyseurs. Il permet de corriger la concentration de fuite mesurée :

$$C = \frac{C_m}{FR}$$

avec, FR : Facteur de réponse du mélange traversant l'équipement étudié (exprimé en équivalent propane),

C_m : Concentration de fuite mesurée par l'analyseur,

C : Concentration de fuite corrigée,

Dans le cas de mélange, le facteur de réponse est calculé en fonction des facteurs de réponse de chacun des constituants :

$$FR = \sum_{i=1}^n x_i \times FR_i$$

avec, FR : Facteur de réponse du mélange traversant l'équipement étudié,

FR_i : Facteur de réponse du composé i ,

x_i : Fraction molaire du composé i dans le mélange,

n : Nombre de composés dans le mélange.

Le facteur de réponse devra être pris en compte pour corriger chaque résultat de mesure. S'ils sont connus par niveau de concentration, les résultats seront corrigés pour chacune des strates disponibles.

Exemple

Soit une vanne installée dans un procédé de chimie organique, traversée par un fluide dont la composition massique est de 90% de méthanol et 10 % de trichloréthylène. La concentration de fuite mesurée est de 8700 ppm éq. C. Les facteurs de réponse de l'analyseur FID utilisé sont pour le méthanol de 0,63 et de 1,15 pour le trichloréthylène. ($M_{\text{Méthanol}} = 32 \text{ g/mol}$, $M_{\text{Trichloréthylène}} = 131 \text{ g/mol}$).

Les fractions molaires de méthanol et trichloréthylène sont respectivement de 97% et 3%.

Le facteur de réponse du mélange (FR) sera égal à (cf. §2.3.3) :

$$FR = 0,97 \times 0,63 + 0,03 \times 1,15 = 0,65$$

La concentration de fuite corrigée (C) sera égale à (cf. §2.3.3) :

$$C = 8700 / 0,65 = 13385 \text{ ppm de COV}$$

Le flux horaire d'émission de COV (f) de la vanne sera égale à (cf. §2.1 - Tableau 1) :

$$f = 1,87 \cdot 10^{-6} \times 13385^{0,873} = 7,49 \text{ g de COV / h}$$

Les flux horaires d'émissions de la vanne en trichloréthylène ($F_{\text{Trichloréthylène}}$) et méthanol ($F_{\text{Méthanol}}$) seront égaux à (cf. §2.3.2) :

$$F_{\text{Trichloréthylène}} = 7,49 \times 10/100 = 0,75 \text{ g de trichloréthylène / h}$$

$$F_{\text{Méthanol}} = 7,49 \times 90/100 = 6,74 \text{ g de méthanol / h}$$

3. MISE EN ŒUVRE

3.1 IDENTIFICATION

Le critère de réussite de cette méthode est une parfaite connaissance du procédé sur lequel l'intervention va être réalisée. On doit pouvoir identifier :

- L'unité et ses limites. L'unité étant définie comme la plus petite partie d'un procédé qui peut fonctionner indépendamment en incluant toutes les opérations nécessaires à la réalisation de sa tâche. En tout état de cause **un plan de l'unité devra être fourni en indiquant les limites qui ont été choisies par rapport à l'ensemble du procédé.**
- Les flux dans l'unité étudiée. Il faut identifier au travers d'un diagramme chacun des fluides (**nature physique et composition chimique**) et leur parcours au sein de l'unité.
- Les équipements sélectionnés pour les opérations de mesures sont identifiés clairement sur le terrain. **Les unités, fluides et équipements écartés pour cause de sécurité ou d'inaccessibilité devront être identifiés et les critères de sélection justifiés.**

Pour assurer un bon suivi qualité de l'enregistrement des données, il est recommandé que les points de mesure soient identifiés avec à minima les informations suivantes :

- Type d'équipement (valve, connecteur, pompe, etc...)
- Numéro d'identification du point de mesure examiné
- Accessibilité
- Date de la mesure
- Localisation / flux
- Type de fluide (gaz, liquide lourd ou léger) et sa composition (pourcentage massique de COV)
- Le nombre d'heures de fonctionnement par an
- Concentration de fuite mesurée (ppm).

3.2 MESURE DE LA CONCENTRATION DE FUITE

Les appareils de mesure des concentrations de fuites doivent respecter les critères décrits dans la **méthode EPA 21**. Cette méthode **s'applique à la détermination des concentrations de fuite de COV issues des équipements de procédés industriels**. Les sources de fuite comprennent, notamment mais non limitativement, les vannes et soupapes, les brides et autres raccords, les pompes et les compresseurs, les clapets de surpression, les drains de procédés, les vannes ouvertes, les événements de dégazage des systèmes d'étanchéité des compresseurs et des pompes, les événements de réservoir, les joints d'étanchéité d'agitateurs et les joints d'étanchéité de portes d'accès. Un instrument portatif est utilisé pour détecter les fuites de COV provenant de sources individuelles (figure 1). La méthode EPA 21 permet uniquement de localiser les fuites et de quantifier les concentrations de fuites. **Elle ne peut être utilisée seule comme mesure directe du taux d'émission massique des sources individuelles.**

Nous reportons ci-dessous les spécifications et recommandations de mise en œuvre décrites dans le guide d'application de la méthode EPA 21. L'ensemble de la méthode est disponible dans l'annexe F du document :

www.epa.gov/ttn/chief/efdocs/lks95_ap.pdf

Le CEN propose des critères quelque peu modifiés par rapport à ceux de la méthode EPA 21. Ils sont intégrés dans le texte ci-dessous.

3.2.1 Matériel de mesure

3.2.1.1 Spécifications

Le type d'instrument de détection n'est pas précisé mais il doit être conforme aux spécifications et aux critères de performances suivant :

- Le détecteur de l'instrument de mesure de COV doit être sensible aux composés traités. Les types de détecteurs pouvant satisfaire à cette exigence comprennent, notamment mais non limitativement, l'oxydation catalytique, l'ionisation de flamme, l'absorption infrarouge et la photo-ionisation.
- Limite de détection inférieure ou égale à 10 ppm.
- L'instrument doit être équipé d'une pompe à commande électrique de façon à ce qu'un échantillon soit fourni en continu au détecteur avec un flux constant. Le flux nominal d'échantillonnage, tel que mesuré au niveau de la pointe de la sonde d'échantillonnage, sera compris entre 0.2 et 1.2 l/min lorsque la sonde est dotée d'un bouchon ou filtre en laine de verre pouvant être utilisé pour éviter l'obturation de l'instrument.
- L'instrument doit être équipé d'une sonde ou d'une extension de sonde d'échantillonnage dont le diamètre extérieur ne doit pas dépasser 6,4 mm (1/4 pouce), avec une ouverture unique pour l'admission de l'échantillon.
- L'instrument doit être à sécurité intrinsèque de façon à être utilisé dans des atmosphères explosives (Zone 1 et 2) telles que définies par le CENELEC. L'instrument ne doit pas être utilisé lorsqu'un quelconque dispositif de sécurité, comme un pare-flamme d'échappement, est déposé.

3.2.1.2 Calibrage et performances

Toutes les évaluations décrites ci-dessous devront être réalisées après avoir assemblé et mis en marche l'instrument, conformément aux instructions du fabricant, en respectant les périodes de chauffe et les ajustements préliminaires.

Deux mélanges gazeux sont nécessaires pour le calibrage et l'évaluation des performances de l'instrument :

- Gaz de zéro : Air propre à moins de 10 ppm de COV.
- Gaz de calibrage : Obtenir ou préparer un mélange étalon dans l'air à une concentration connue approximativement égale à celle qui définit une fuite (1 000 ppm ou 10 000 ppm pour l'US EPA et le CEN). La concentration sera juste à +/- 2 %. Pour un analyseur type FID on utilisera comme gaz de référence le propane.

Les mélanges gazeux de calibrage doivent être fournis par le fabricant avec une incertitude de 2 % et une durée de péremption spécifiée. Les bouteilles doivent être soit analysés de nouveau, soit remplacés après la date de péremption spécifiée.

Les gaz de calibrage peuvent être préparés par l'opérateur. Dans ce cas, ils doivent être remplacés après chaque jour d'utilisation, à moins qu'il soit démontré que leur dégradation ne se produit pas durant leur stockage.

Les calibrages peuvent être effectués en utilisant un composé autre que le composé de référence. Dans ce cas, un facteur de conversion doit être déterminé pour ce composé alternatif de manière à ce que les lectures avec l'instrument pendant les programmes de détection puissent être converties en résultats de composé de référence.

3.2.1.2.1 Calibrage de l'analyseur

Après avoir procédé au calibrage interne du zéro, introduire le gaz de calibrage dans la sonde d'échantillonnage de l'instrument. Ajuster la lecture de l'instrument de manière à ce qu'elle corresponde à la valeur du gaz de calibrage.

Si la lecture de l'instrument ne peut pas être ajustée à la bonne valeur, cela indique un dysfonctionnement de l'analyseur et des mesures de correction sont nécessaires avant son utilisation.

Le calibrage de l'analyseur devra être réalisé **une fois par jour au minimum**. Si la dérive observée entre le calibrage et la vérification en fin de journée est **supérieure à 5%**, la **fréquence des calibrages devra être augmentée**.

3.2.1.2.2 Facteur de réponse

Un facteur de réponse doit être déterminé pour chaque composé à mesurer, soit par des tests, soit à partir de références bibliographiques.

Nous donnons à titre indicatif la procédure décrite par l'US EPA pour leur détermination par test. Cette procédure est cependant très complexe à réaliser du fait notamment des problèmes liées à l'utilisation de gaz étalon très spécifique (existence sur le marché, stabilité, cas des mélanges...)

Détermination des facteurs de réponse par test : Calibrer l'analyseur avec le gaz de référence comme décrit précédemment. Pour chaque COV dont on veut déterminer le facteur de réponse, préparer ou se procurer des mélanges dans l'air à une concentration égale à 80% de celle qui définit une fuite. Si ces concentrations sont supérieures à des limites de volatilité ou d'explosivité, préparer respectivement un mélange à 90% de la limite de saturation, à 70% de la limite d'explosivité. Introduire le mélange dans l'analyseur et enregistrer la mesure observée sur l'instrument. Introduire le gaz de zéro jusqu'à l'obtention d'une lecture stable. Effectuer un total de trois mesures en alternant le gaz de mélange et le gaz de zéro. Calculer le facteur de réponse pour chaque répétition et le facteur de réponse moyen.

Si des facteurs de réponse ont été publiés pour les composés visés pour le type d'instrument ou de détecteur utilisé, la détermination du facteur de réponse n'est pas nécessaire et les résultats existants peuvent s'y référer. Dans le cas contraire, il peut être envisagé d'utiliser des facteurs de réponse de produits proches chimiquement.

Quelque soit la méthode utilisée, **les facteurs de réponse de l'instrument pour chacun des COV à mesurer doivent être supérieurs à 0.1.**

3.2.1.2.3 Temps de réponse

L'évaluation du temps de réponse doit être effectuée avant de mettre l'instrument en service. Si une modification est apportée au système de pompage de l'échantillon ou à la configuration du flux qui changerait le temps de réponse, il est nécessaire de procéder à une nouvelle évaluation avant toute autre utilisation de l'instrument.

Introduire le gaz de zéro dans la sonde d'échantillonnage de l'instrument. Quand la lecture de l'instrument est stabilisée, introduire rapidement le gaz de calibrage. Mesurer le temps écoulé depuis le changement jusqu'à ce que 90 pourcent de la lecture stable finale soient atteints. Effectuer cette séquence de test trois fois et enregistrer les résultats. Calculer le temps de réponse moyen. **Le temps de réponse de l'instrument doit être égal ou inférieur à 5 secondes.**

La pompe, la sonde de dilution (éventuelle), la sonde d'échantillonnage et le filtre de la sonde de l'instrument qui seront utilisés pendant les tests doivent tous être installés pendant la détermination du temps de réponse.

3.2.2 Procédure d'échantillonnage

Sur chaque équipement potentiellement fuyard, la sonde d'échantillonnage est déplacée lentement afin de détecter la zone de concentration de fuite maximum. La sonde doit être en **contact continu avec l'interface** de la pièce où une fuite pourrait se produire. Seul dans le cas de pièce en mouvement la distance autorisée est de un centimètre.

Déplacer l'entrée de la sonde le long de l'interface en observant la lecture de l'instrument. Lorsqu'une concentration plus élevée est lue, échantillonner lentement la zone où la fuite est détectée jusqu'à obtention de la valeur maximale. Laisser l'entrée de la sonde sur cette position pendant environ deux fois le temps de réponse de l'instrument. **La valeur maximale lue sera attribuée à l'équipement étudié.** Recommencer l'opération pour les autres zones de l'instrument potentiellement fuyarde.

En fonction des équipements étudiés les zones d'investigation sont différentes. Leur nombre n'est pas fixe. Des exemples sont donnés ci-dessous, mais en fonction de la morphologie de la pièce ces zones peuvent être multipliées.

3.2.2.1 Vannes

Les fuites se produisent habituellement au niveau du joint d'étanchéité entre la tige et le carter qui la reçoit. Placer la sonde au niveau de l'interface où la tige sort de la garniture et échantillonner la circonférence de la tige. Placer également la sonde au niveau de l'interface du siège de la bride de rattrapage du presse-étoupe et échantillonner la périphérie. En outre, échantillonner les vannes constituées de plusieurs parties à la surface de toutes les interfaces où une fuite pourrait se produire.

3.2.2.2 Brides et autres raccords

Pour les brides soudées, placer la sonde au niveau du bord extérieur de l'interface bride-joint d'étanchéité et échantillonner la circonférence de la bride.

Échantillonner d'autres types de joints (comme les raccords filetés) avec un balayage similaire.

3.2.2.3 Pompes et compresseurs

Les pompes, les compresseurs et les agitateurs sont examinés avec une traversée circulaire à l'interface entre l'axe et la surface externe du joint d'étanchéité. Si la source est un axe tournant, l'entrée de la sonde peut-être placée à moins de 1 centimètre de l'interface axe/joint. Si la configuration du carter empêche une traversée complète de la périphérie de l'axe, seules les parties accessibles doivent être examinées. Tous les autres joints sur le carter de pompe ou de compresseur où des fuites pourraient se produire doivent également être examinés.

3.2.2.4 Clapets de surpression (soupape de sécurité).

La configuration de la plupart des clapets de surpression empêche l'échantillonnage au niveau de l'interface du siège du joint d'étanchéité. En raison de leur conception et fonction, des dispositifs de décompression doivent être approchés avec une extrême prudence. Ces dispositifs ne devraient pas être approchés pendant des périodes où le dispositif est susceptible de s'activer. Pour les dispositifs équipés d'une extension, ou trompe, placer l'entrée de la sonde approximativement au milieu de la zone d'émission dans l'atmosphère.

3.2.2.5 Drains de procédés

Pour les drains ouverts, placer l'entrée de la sonde approximativement au milieu de la zone ouverte à l'atmosphère. Pour les drains recouverts, placer la sonde à la surface de l'interface du couvercle et balayer la périphérie.

3.2.2.6 Conduites ou vannes ouvertes

Les émissions fugitives des lignes ouvertes se font par une surface régulière. Si cette ouverture est très petite, une lecture simple au centre est suffisante. Pour les surfaces plus grandes il est nécessaire de parcourir le périmètre de l'ouverture avec la sonde. La concentration de fuite au centre doit également être lue.

3.2.2.7 Événements de dégazage de systèmes d'étanchéité et événements d'accumulateurs

Placer l'entrée de la sonde environ au milieu de l'ouverture à l'atmosphère.

3.2.2.8 Joints d'étanchéité de portes d'accès

Placer l'entrée de la sonde à la surface de l'interface du joint d'étanchéité de la porte et balayer la périphérie.

3.3 COURBES DE CORRELATION

Chaque valeur mesurée (corrigée du facteur de réponse) est entrée dans la courbe de corrélation choisie pour calculer le flux d'émission de la fuite. **Le résultat est directement lié à ce choix.** A ce jour, deux familles de courbes de corrélation sont utilisées :

- Les courbes SOCFI (Synthetic Organic Chemical Manufacturing Industry) à utiliser dans l'industrie de la chimie (Version révisée).
- Les courbes de l'industrie pétrolière (Version 93). Elles sont applicables aux raffineries, aux terminaux de distribution, aux sites de production de pétrole et de gaz.

3.4 TRAITEMENTS INFORMATIQUES

Sur une installation industrielle, l'importance du nombre de points de mesure nécessite l'utilisation d'un traitement informatique des données recueillies pour calculer les flux d'émission des fuites. A ce jour, chaque prestataire intervenant dans ce secteur utilise son propre logiciel dont les codes sont confidentiels.

La seule exigence qu'il existera à terme vis à vis de ces logiciels, c'est qu'ils produisent un même résultat pour un jeu de données d'entrée équivalent. Le CEN a pour objectif de fournir ce jeu de données nécessaire à la validation des programmes qui seront utilisés sur le terrain (données d'entrée et résultat).

Compte tenu des évolutions à prévoir de la méthode (courbes de corrélation, équipement concernés,...) il est également essentiel que les programmes utilisés puissent permettre de recalculer rapidement les émissions d'un site en prenant en compte de nouvelles règles de calculs (historiques et/ou prospectifs).

3.5 REPORTING

Le rapport de la campagne de mesure devra clairement faire apparaître :

- Le site d'intervention (nom et adresse)
- Les dates d'intervention
- Le nom des opérateurs
- L'unité étudiée et ses limites
- Les équipements écartés et les raisons de ces choix
- Les courbes de corrélation utilisées
- Pour chaque équipement il devra être possible de retrouver (support informatique) :
 - Son numéro d'identification
 - Le type d'équipement (valve, connecteur, pompe, etc...)
 - Sa localisation sur le procédé
 - Le type de fluide (gaz, liquide lourd ou léger) et sa composition (pourcentage massique de COV)
 - Si nécessaire le pourcentage massique de composé spécifique
 - Le nombre d'heures de fonctionnement par an

- Pour les mesures de concentrations de fuites :
 - Les références des appareils de mesures utilisées
 - Les résultats des calibrages journaliers
 - Les facteurs de réponse utilisée et leur origine
- Pour chaque point de mesure il devra être possible de retrouver (support informatique):
 - le niveau d'accessibilité
 - la date de la mesure
 - la concentration de fuite maximum mesurée (ppm) sur chaque zone d'investigation.

4. CONCLUSIONS

Les bilans issus de ces campagnes sont à utiliser avec la plus grande prudence pour des objectifs autres qu'une meilleure maîtrise des émissions d'un site. L'application de règles communes par chacun est essentielle pour garantir que les estimations des bilans sont comparables dans le temps et d'un site à l'autre. Cependant, même appliquées avec la plus grande rigueur ces méthodes possèdent des écueils (par exemple les flux d'émission à saturation) qui peuvent entraîner des estimations des émissions très différentes pour un même site.

Il est essentiel que l'opérateur indique clairement **les choix méthodologiques** (nature des courbes de corrélation) et précise le domaine d'intervention en indiquant clairement **quels sont les points qui ont été exclus de la campagne de mesure, pourquoi et par qui ils ont été écartés**.

La qualité des **mesures des concentrations de fuite** peut être évaluée facilement. En effet, de nombreux contrôles permettent de valider la justesse de la mesure (**calibrage, spécifications matériel...**) (cf. § 3.2.1). Il est important que la **traçabilité de ces contrôles soit assurée** par des documents mis à jour régulièrement et consultables à tout moment.

Au contraire, les autres paramètres (**choix des points de mesure, identifications des équipements...**) sont très difficilement contrôlables du fait de la masse d'informations et de leur caractère qualitatif. Ils sont pourtant également déterminant sur les résultats des estimations (choix des courbes de corrélation). **Ils dépendent de la compétence technique des opérateurs réalisant ces estimations**.

Leur niveau de formation sur ces techniques et leur connaissance des procédés industriels sont des facteurs clé à prendre en compte dans l'évaluation des résultats d'une campagne de mesure. Il est essentiel que le personnel intervenant sur le site sache lire et suivre sur le terrain un diagramme procédé, puisse reconnaître sans hésiter les différents équipements du procédé pour pouvoir leur affecter les bonnes courbes de corrélation.

Le niveau de compétence est difficile à évaluer. Il apparaît cependant intéressant de demander aux prestataires d'indiquer le nom des intervenants et leur niveau d'expérience dans le domaine concerné. Comme cela est déjà donné dans le programme 97 du COFRAC (mesures à l'émission).

Il est également nécessaire d'être **vigilant sur la durée qui a été nécessaire à la réalisation de la campagne de mesure**. Une durée trop brève révèle qu'un nombre important de points a été oublié, et/ou que les détections en chaque point ont été réalisées trop rapidement sans respect des temps de réponse des analyseurs. Cette précipitation peut, par exemple, entraîner l'affectation d'une concentration de fuite d'un équipement sur le suivant. Résultat : la bonne courbe de corrélation sera utilisée mais avec évaluation erronée de la concentration de fuite.

Pour donner un ordre d'idée, étant donné que plusieurs équipes de deux personnes interviennent sur une unité, le rythme standard des mesures est de trois cents mesures par jour.

A ce jour, cette méthode est le **meilleur outil disponible** pour une bonne **maîtrise des émissions fugitives de COV**. S'il est mis en œuvre sur des bases communes, il permet également de comparer les émissions fugitives de COV de différents sites ou pays (directive NEC...).

L'utilisation des flux de COV estimés par cette méthode comme données d'entrée pour une étude d'évaluation du risque sanitaire n'est pas recommandée. Le cumul des incertitudes du flux réellement émis (cf. figures 4 et 5 § 2.1) et du calcul de leur transfert à l'environnement, conduirait à des niveaux de concentrations dans l'air ambiant dont l'utilisation serait très délicate. A ce jour, **les mesures environnementales conventionnelles au voisinage d'un site restent le meilleur outil d'évaluation des concentrations de COV dans l'air ambiant.**