

Unité départementale de Rouen-Dieppe
1 rue Dufay
76100 Rouen

Rouen, le 13/03/2025

Rapport de l'Inspection des installations classées

Visite d'inspection du 06/02/2025

Contexte et constats

Publié sur  **GÉORISQUES**

BASF AGRI PRODUCTION SAS

32, Rue de Verdun
B.P. 80116
76410 Saint-Aubin-Lès-Elbeuf

Références :UDRD.2025.03.R.14
Code AIOT : 0005802648

1) Contexte

Le présent rapport rend compte de l'inspection réalisée le 06/02/2025 dans l'établissement BASF AGRI PRODUCTION SAS implanté 32, Rue de Verdun B.P. 80116 76410 Saint-Aubin-lès-Elbeuf. L'inspection a été annoncée le 20/12/2024. Cette partie « Contexte et constats » est publiée sur le site internet Géorisques (<https://www.georisques.gouv.fr/>).

La visite a été réalisée dans le cadre du récolement de l'arrêté préfectoral complémentaire du 18 décembre 2024 et des suites des précédentes visites.

Les informations relatives à l'établissement sont les suivantes :

- BASF AGRI PRODUCTION SAS
- 32, Rue de Verdun B.P. 80116 76410 Saint-Aubin-lès-Elbeuf
- Code AIOT : 0005802648
- Régime : Autorisation
- Statut Seveso : Seveso seuil haut
- IED : Oui

La société BASF Agri-Production, située sur le site de la commune de Saint-Aubin-lès-Elbeuf, fabrique des substances actives destinées à être formulées pour différents marchés : agriculture, biocides, vétérinaires.

La société EUROAPI, située sur la commune de Saint-Aubin-Lès-Elbeuf, fabrique des principes actifs pharmaceutiques pour les médicaments. Elle exploite une station d'épuration industrielle qui traite les effluents aqueux issus de son propre établissement et de celui de la société Agri-Production.

Contexte de l'inspection :

- Récolement

Thèmes de l'inspection :

- AN24 PFAS
- Déchets
- Eau de surface
- Eaux souterraines

2) Constats

2-1) Introduction

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

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

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

Il existe trois types de suites :

- « Faits sans suite administrative » ;
- « Faits avec suites administratives » : les non-conformités relevées conduisent à proposer à Monsieur le Préfet, des suites graduées et proportionnées avec :
 - ◆ soit la demande de justificatifs et/ou d'actions correctives à l'exploitant (afin de se

- conformer à la prescription) ;
- ♦ soit conformément aux articles L. 171-7 et L. 171-8 du code de l'environnement des suites (mise en demeure) ou des sanctions administratives ;
- « Faits concluant à une prescription inadaptée ou obsolète » : dans ce cas, une analyse approfondie sera menée a posteriori du contrôle puis éventuellement une modification de la rédaction de la prescription par voie d'arrêté préfectoral pourra être proposée.

2-2) Bilan synthétique des fiches de constats

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

Les fiches de constats suivantes font l'objet d'une proposition de suites administratives :

N°	Point de contrôle	Référence réglementaire	Si le point de contrôle provient d'une <u>précédente</u> inspection : suite(s) qui avai(ent) été donnée(s)	Proposition de suites de l'Inspection des installations classées à l'issue de la <u>présente</u> inspection ⁽¹⁾	Proposition de délais
1	Liste des substances PFAS	Arrêté Ministériel du 20/06/2023, article 2	Avec suites, Demande d'action corrective	Demande de justificatif à l'exploitant	1 mois
2	Minimisation des émissions de PFAS - Réseaux eaux sales et stockages	Code de l'environnement du 13/06/2009, article L. 512-20	Avec suites, Demande d'action corrective	Demande de justificatif à l'exploitant	3 mois
3	Réduction du TFA à la source	AP Complémentaire du 18/12/2024, article Article 2 -2	/	Demande de justificatif à l'exploitant	1 mois
4	Traitement des effluents contenant des PFAS	AP Complémentaire du 18/12/2024, article Article 2 - 3	/	Demande de justificatif à l'exploitant	3 mois
6	Surveillance et fréquences des analyses de PFAS	AP Complémentaire du 18/12/2024, article Article 5	/	Demande de justificatif à l'exploitant	1 mois

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

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

N°	Point de contrôle	Référence réglementaire	Autre information
5	Suivi analytique des PFAS	AP Complémentaire du 18/12/2024, article Article 4	Sans objet

N°	Point de contrôle	Référence réglementaire	Autre information
7	Surveillance de eaux souterraines	Arrêté Préfectoral du 17/10/2022, article 10.2.6.2	Sans objet

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

La visite a été réalisée avant le démarrage de l'étape de production du Fipronil mettant en œuvre le TFA.

Sur le terrain, l'inspection a pu observer :

- la bonne mise en place des premières mesures de réduction à la source, prescrites à l'article 2-2 de l'arrêté préfectoral complémentaire du 18 décembre 2024 ;
- la présence d'une unité d'osmose inverse pilote installée au niveau de la station de comptage des eaux sales, les essais de mise en route étaient en cours.

En ce qui concerne le suivi analytique, l'exploitant et son sous-traitant ont développé des méthodes et sont en mesure de suivre en routine 7 PFAS (dont le TFA).

Suite à la visite, l'inspection a formulé des demandes de compléments et attend des éléments :

- mesures de réduction à la source : synthèse du fonctionnement et de la performance des mesures mises en place sur les premières semaines de production;
- gestion des effluents : critères quantifiables pour le choix des filières de traitement des eaux sales (phases aqueuses), procédure de suivi de l'efficacité des filtres à charbons actifs vis-à-vis des PFAS ;
- réseaux eaux sales : procédure détaillée pour le nettoyage des tronçons des réseaux eaux sales, incluant les critères quantifiables pour le traitement des eaux de nettoyage et des matières solides récupérées ;
- gestion des déchets : procédure modifiée relative aux retraitements des opérations non conformes ou au recyclage des sacs de Fipronil ;
- traitement des eaux sales : résultats des mesures réalisées en amont et aval de l'unité d'osmose inverse, conclusions sur les performances de l'unité pilote améliorations possibles, résultats des études de traitabilité des effluents contenant des PFAS à plusieurs points pertinents du procédé.
- concentrations aux rejets: analyse des mesures réalisées au niveau des rejets des eaux propres et sales sur les premières semaines de production ;
- suivi analytique : conclusions sur la corrélation possible entre l'AOF et les PFAS spécifiques, résultats des essais croisés avec le laboratoire sous-traitant, évaluation des éventuels sous-produits générés par l'ozonation.

Une nouvelle visite d'inspection aura lieu prochainement afin de suivre l'avancement des actions en cours.

2-4) Fiches de constats

N° 1 : Liste des substances PFAS

Référence réglementaire : Arrêté Ministériel du 20/06/2023, article 2
Thème(s) : Actions nationales 2024, Réalisation et tenue à jour de la liste de PFAS
Point de contrôle déjà contrôlé : <ul style="list-style-type: none">• lors de la visite d'inspection du 25/09/2024• type de suites qui avaient été actées : Avec suites• suite(s) qui avai(en)t été actée(s) : Demande d'action corrective• date d'échéance qui a été retenue : 21/12/2024
Prescription contrôlée : <p>L'exploitant d'une installation mentionnée à l'article 1er établit, sous trois mois, la liste des substances PFAS utilisées, produites, traitées ou rejetées par son installation, ainsi que des substances PFAS produites par dégradation. Il tient cette liste à jour à la disposition de l'inspection des installations classées.</p> <p>Si de telles substances ont été utilisées, produites, traitées ou rejetées avant l'entrée en vigueur du présent arrêté, elles sont également mentionnées en tant que telles dans la liste, ainsi que la date à laquelle elles sont susceptibles d'avoir été rejetées.</p>
Constats : <p>Dans le cadre de la campagne ministérielle (arrêté ministériel du 20 juin 2023), l'exploitant avait communiqué une liste de 8 substances PFAS : matières premières (DCpTFMA et TFA), intermédiaire isolé (disulfure), intermédiaire non isolé (Pyrazole, fipronil-sulfide), impureté (TFAE et fipronil-sulfone) et produit fini (Fipronil). 4 substances (TFA, disulfure, fipronil et fipronil-sulfide) ont fait l'objet d'analyses entre 2023 et 2024.</p> <p><u>Fipronil</u></p> <p>Suite aux dernières visites, l'inspection avait demandé à l'exploitant de s'assurer de l'exhaustivité des substances déclarées et de compléter son suivi analytique. Il était notamment attendu que :</p> <ul style="list-style-type: none">- l'exploitant fournisse la liste des métabolites potentiels du Fipronil,- statue sur la pertinence et la faisabilité du suivi analytique des métabolites recensés,- évalue les sous-produits potentiels de dégradation des PFAS dans le procédé d'ozonation,- établisse une corrélation entre les concentrations des PFAS spécifiques et l'AOF. <p>A ce titre, l'exploitant avait transmis par courrier daté du 2 octobre 2024 une liste de 16 métabolites potentiels du Fipronil, liste reprise du rapport d'évaluation « <i>Pesticideresidues in food</i> » de 2021 du « <i>The Joint Meeting on Pesticide Residues (JMPR)</i> ». Parmi les 16 métabolites de cette liste, 4 substances (pyrazole, fipronil-sulfide, fipronil-sulfone et DCpTFMA) étaient déjà identifiées dans la liste des 8 substances établie dans le cadre de la campagne ministérielle. Le pyrazole, le Fipronil et le Fipronil sulfide sont par ailleurs déjà suivis dans le cadre de l'autosurveillance (Article 4.3.71. Rejets internes de l'arrêté préfectoral du 17/10/2022).</p> <p>Depuis la précédente visite, l'exploitant a également travaillé avec son centre d'expertise en Allemagne afin d'évaluer la pertinence d'analyser l'ensemble des métabolites et de confirmer la</p>

disponibilité des méthodes d'analyse pour chaque métabolite : à ce stade il est confirmé que 12 des 16 métabolites sont analysables (par méthode de chromatographie liquide et spectrométrie de masse en tandem / LC-MS-MS), y compris les 4 métabolites déjà déployés au laboratoire d'Elbeuf.

Par courriel du 27 février 2025, l'exploitant a également communiqué une déclaration de son centre d'expertise en Allemagne confirmant l'impossibilité technique de réaliser les étalons pour les 4 autres métabolites et excluant la présence de ces 4 métabolites dans les eaux usées d'Elbeuf « avec une probabilité proche de la certitude ».

Demande n°1 : sachant que les méthodes d'analyse sont disponibles pour 8 des métabolites qui ne sont pas encore analysés, l'exploitant complètera son suivi analytique avec ces 8 substances, **avant le 31 mars 2025**. Il statuera sur la pertinence de maintenir le suivi après une période d'observation représentative de la marche stabilisée du procédé, et transmettra ses conclusions à l'inspection.

En ce qui concerne les travaux visant à la corrélation des concentrations de PFAS spécifiques avec l'AOF, l'exploitant a indiqué avoir transmis 19 échantillons d'eaux sales dopés avec des PFAS représentatifs (compositions et concentrations variables) à deux laboratoires fin novembre 2024. L'exploitant est en attente des résultats.

Demande n°2: l'exploitant transmettra les résultats des mesures, ses conclusions sur la corrélation possible avec l'AOF et sur l'exhaustivité de son suivi analytique **pour le 31 mars 2025**.

S'agissant des sous-produits potentiellement générés par l'ozonation, des échanges ont eu lieu avec l'inspection suite à la précédente visite. A ce stade, aucune liste théorique n'a été établie par l'exploitant qui a porté ses efforts sur le développement des méthodes pour quantifier un maximum de métabolites connus du Fipronil (dont le TFA) et sur des mesures de l'indice AOF en entrée et sortie de l'unité d'ozonation.

Demande n°3: en complément de l'indice AOF, et, afin de s'assurer de l'exhaustivité de la quantification des PFAS et de statuer sur la génération de sous-produits par le procédé ozonation, l'exploitant étudiera la possibilité et la pertinence de réaliser un screening qualitatif des PFAS et/ou d'utiliser la méthode indice TOP Assay (qui s'appuie sur une oxydation chimique des précurseurs de PFAS). Il transmettra ses conclusions sur cette étude **pour le 15 avril 2025**.

Disulfure

L'exploitant a indiqué par courrier daté du 20 décembre 2024 qu'il n'est pas prévu que des métabolites se forment au cours du processus de production du disulfure (CAS RN 130755-46-3) sur la base de tests réalisés dans le cadre de la Guideline OCDE 301 B (Ready Biodegradability: CO2 Evolution Test) en 1995.

Par courriel du 27 février 2025, l'exploitant a communiqué à l'inspection une cartographie des points d'analyse visant à évaluer les rejets de PFAS liés à la production de disulfure (disulfure, pyrazole, DcpTFMA).

Commentaire n° 1: Ce document sera examiné par l'inspection et fera l'objet d'échanges avec l'exploitant dans les prochaines semaines.

Type de suites proposées : Avec suites

Proposition de suites : Demande de justificatif à l'exploitant
Proposition de délais : 2 mois

N° 2 : Minimisation des émissions de PFAS - Réseaux eaux sales et stockages

Référence réglementaire : Code de l'environnement du 13/06/2009, article L. 512-20
Thème(s) : Actions nationales 2024, Minimisation des émissions de PFAS
<p>Point de contrôle déjà contrôlé :</p> <ul style="list-style-type: none"> • lors de la visite d'inspection du 23/10/2024 • type de suites qui avaient été actées : Avec suites • suite(s) qui avai(en)t été actée(s) : Demande d'action corrective • date d'échéance qui a été retenue : 18/01/2025
<p>Prescription contrôlée :</p> <p>En vue de protéger les intérêts visés à l'article L. 511-1, le préfet peut prescrire la réalisation des évaluations et la mise en œuvre des remèdes que rendent nécessaires soit les conséquences d'un accident ou incident survenu dans l'installation, soit les conséquences entraînées par l'inobservation des conditions imposées en application du présent titre, soit tout autre danger ou inconvénient portant ou menaçant de porter atteinte aux intérêts précités. Ces mesures sont prescrites par des arrêtés pris, sauf cas d'urgence, après avis de la commission départementale consultative compétente.</p>
<p>Constats :</p> <p><u>Effluents liquides de production du Fipronil</u></p> <p>L'exploitant a présenté les procédures pour la gestion de ses effluents de production ainsi que les critères généraux relatifs à l'acceptation des flux dans les différentes filières, notamment en STEP. Le traitement des effluents liquides de procédés (organiques ou aqueux) réalisé en fonction de leur nature et de leur composition, ils sont soit :</p> <ul style="list-style-type: none"> - régénérés en externe (cas des effluents organiques), - envoyés directement en STEP via le réseau eaux sales, - stockés au parc 161 pour être traités sur charbon actif avant envoi en STEP ou en incinération (si la teneur résiduelle en Fipronil est trop élevée). <p>Lors de la visite terrain, l'inspection a pu constater la présence de 3 modules de filtres à charbon actif sur le parc 161. L'exploitant a indiqué que suivi de la performance des filtres à charbon actif est réalisé sur le critère perçage des filtres en suivant l'évolution de la concentration en monochlorobenzène qu'il a estimé comme étant le marqueur principal. Une pente de déviation permettant de savoir à quel moment les filtres doivent être remplacés a été déterminée lors d'essais pilotes sur des effluents de routine. Les modules filtres sont utilisés en série (en général 2 filtres) et des mesures sont réalisées de deux à trois fois par semaine sur le 1^{er} module a minima et sur le second module si nécessaire pour s'assurer de la performance. L'exploitant a indiqué disposer de filtres en stock, le délai d'approvisionnement est de 1 à 3 semaines.</p> <p><u>Demande n°4:</u> l'exploitant transmettra <u>pour le 31 mars 2025</u>, la procédure de gestion des effluents aqueux du procédé Fipronil incluant les critères pré-définis et quantifiables autorisant l'envoi des effluents aqueux à la STEP.</p>

Demande n°5 : l'exploitant évaluera l'efficacité et le suivi de la performance de ses filtres à charbon actif sur les PFAS, a minima sur le Fipronil, le Fipronil sulfide et le TFA **pour le 31 mars 2025.**

Par courriel du 27 février 2025, un schéma simplifié des flux sortants du procédé Fipronil et le mode opératoire de gestion de la fosse accidentelle R99100 du bâtiment de production de Fipronil.

Commentaire n°2 : Le mode opératoire de gestion de la fosse accidentelle sera examiné par l'inspection et fera l'objet d'échanges avec l'exploitant dans les prochaines semaines.

Nettoyage en fin de campagne

L'exploitant travaille actuellement sur la mise à jour de ses procédures relatives au traitement des eaux de nettoyage en fin de campagne de production de Fipronil. L'exploitant a confirmé que les premiers nettoyages (eau + solvants) seront envoyés en incinération et que des mesures sont prévues lors des passes à l'eau afin de statuer sur un envoi en incinération ou en STEP. Les critères d'acceptabilité sont en cours de définition.

Demande n°6 : l'exploitant transmettra la procédure de nettoyage de fin de campagne détaillant les critères de choix quantifiables pour le choix du traitement des eaux de lavages : traitement en incinération ou envoi en STEP **avant le 31 mai 2025.**

Nettoyage du réseau des eaux sales

Concernant le nettoyage du réseau des eaux sales, l'exploitant avait transmis son plan d'action à l'inspection en date du 17 janvier 2025. Le plan d'action prévoit un nettoyage par hydrocurage haute pression des tronçons de réseaux d'eaux sales depuis les bâtiments de production du disulfure et du Fipronil vers le réseau commun puis la station de comptage. Il est prévu de réaliser l'opération tronçon par tronçon, avec mise en place d'une déviation des eaux sales pendant la durée de l'opération et la réalisation d'analyses pour déterminer la filière d'élimination.

Demande n°7 : l'exploitant transmettra **pour le 31 mars 2025** un point sur la réfection des réseaux eaux sales et la procédure détaillée pour le nettoyage des tronçons, incluant les critères quantifiables pour le traitement des eaux de nettoyage et des matières solides récupérées. Il intégrera dans la synthèse ses conclusions sur l'éventuel relargages de PFAS dans les réseaux eaux sales en analysant notamment les résultats des mesures réalisées avant la reprise de la production de Fipronil.

Stockage des déchets d'emballage de Fipronil

Suite à la précédente visite, il avait été demandé à l'exploitant de placer la benne de stockage des déchets d'emballage de Fipronil (située à l'est du bâtiment de production) sur une rétention spécifique avant le 1^{er} mars 2025 eu égard au fait que les eaux de ruissellement potentielles sont orientées vers le réseau des eaux propres.

Lors de la visite terrain, l'inspection a pu constater que l'exploitant avait remplacé sa benne de stockage par une benne avec un toit coulissant étanche (qui était en phase de test lors de la précédente visite). La benne était quasiment vide le jour de la visite (quelques cartons présents). Par ailleurs, en réponse à la demande de l'inspection, l'exploitant a indiqué que la gestion d'une benne sur rétention était difficilement réalisable techniquement et a proposé des mesures complémentaires pour le transfert des déchets (sacs) de la zone de conditionnement confinée vers la benne de stockage des déchets de Fipronil située à l'extérieur. En accord avec les échanges

lors de la visite, l'exploitant a communiqué par courriel du 12 février 2025, une synthèse des modifications projetées et les plans associés (avec en particulier la création d'une zone grise et des sas étanches pour effectuer la dépollution avant transfert vers l'extérieur).

Commentaire n°3 : l'inspection considère que la modification projetée permet une réduction des risques de contamination et donne son accord pour sa mise en œuvre. Les procédures, consignes et contrôles devront permettre d'assurer l'intégrité des conditionnements dans la benne.

Demande n°8 : l'exploitant transmettra **pour le 31 mars 2025** la procédure modifiée relative aux retraitements des opérations non conformes ou au recyclage des sacs.

Commentaire n°4 : l'exploitant ne sortira aucun déchet d'emballage de Fipronil dans la benne située à l'extérieur tant que les mesures techniques et organisationnelles prévues dans la procédure modifiée n'auront pas été mises en place.

Type de suites proposées : Avec suites

Proposition de suites : Demande de justificatif à l'exploitant

Proposition de délais : 3 mois

N° 3 : Réduction du TFA à la source

Référence réglementaire : AP Complémentaire du 18/12/2024, article Article 2 -2

Thème(s) : Risques chroniques, Plan d'action de réduction des PFAS - Production de Fipronil

Prescription contrôlée :

L'exploitant met en œuvre les mesures de réduction à la source suivantes dès le redémarrage de la production de Fipronil (première introduction de disulfure dans l'unité dont la date est communiquée à l'inspection au moins 48 heures avant):

- Minimisation du passage de TFA/TFAE vers l'aval du procédé en ajoutant une étape additionnelle de distillation du TFA/TFAE dans le réacteur K66000 ;
- Réduction de la présence résiduelle de TFA dans le culot de distillation afin de minimiser la possibilité de passage vers l'aval du procédé par ajout d'une étape de stripping à l'azote dans le réacteur K25100.

L'exploitant met en œuvre la mesure de réduction suivante sous 6 mois à compter du redémarrage de la production de Fipronil :

- Réduction complémentaire de la présence résiduelle de TFA dans le culot de distillation par ajout d'une étape de distillation sous vide supplémentaire dans le réacteur K25100.

Dans un délai de 3 mois, identification et caractérisation des flux de PFAS rejetés liés à la synthèse du Fipronil (dont matières premières, intermédiaires, produits de dégradation et Fipronil), et proposition de modalités de réduction à la source et par traitement, de ces flux.

Constats :

Lors de la visite, la phase de production du Fipronil mettant en œuvre le TFA n'avait pas encore démarré.

Sur le terrain, l'inspection a pu constater, à la fois au niveau de la supervision et au niveau des

<p>réacteurs du bâtiment Fipronil :</p> <ul style="list-style-type: none"> - l'ajout de la cuve de distillation pour l'isolation de la fraction riche en TFAE au niveau du réacteur K66000 pour envoi en incinération (nouveau relai pour la récupération du TFAE = réacteur K66300 d'une capacité de 4590L) ; - l'ajout de l'étape de stripping à l'azote au niveau de la distillation du TFA en vue de la réduction du contenu résiduel en fond de réacteur K25100. <p>Des prises échantillons sont prévues en amont et aval des réacteurs concernés afin de quantifier l'efficacité des mesures.</p> <p>Commentaire n°5 : l'exploitant a mis en place dans les délais attendus les premières mesures de réduction à la source prescrites à l'article 2-2 de l'arrêté préfectoral complémentaire du 18 décembre 2024.</p> <p>Demande n°9 : l'exploitant transmettra une synthèse relative au fonctionnement et à la performance des mesures mises en place sur les premières semaines suite au redémarrage de la production de Fipronil <u>pour le 31 mars 2025</u>.</p>
Type de suites proposées : Avec suites
Proposition de suites : Demande de justificatif à l'exploitant
Proposition de délais : 1 mois

N° 4 : Traitement des effluents contenant des PFAS

Référence réglementaire : AP Complémentaire du 18/12/2024, article Article 2 - 3
Thème(s) : Risques chroniques, Plan d'action de réduction des PFAS - Production de Fipronil
<p>Prescription contrôlée :</p> <p>Les mesures de traitement des effluents suivantes sont mises en œuvre <u>sous un mois maximum</u> après redémarrage de la production de Fipronil :</p> <ul style="list-style-type: none"> • traitement par osmose inverse des effluents des réacteurs chargés en PFAS (dont le Fipronil) ; • traitement des effluents par ozonation au niveau de la STEP EUROAPI.
<p>Constats :</p> <p>La visite a été réalisée avant le démarrage de l'étape de production du Fipronil (phase VI) mettant en œuvre le TFA. La première étape de production (phase V, correspondant à la synthèse du fipronil sulfide), avait démarré le 21 janvier 2025 et était à l'arrêt du fait d'une panne du groupe froid -18°C associé à la production de l'atelier Fipronil (bâtiment 111). La production a depuis repris avec une montée en charge progressive durant le mois de février.</p> <p>Lors de la visite terrain, l'inspection a pu constater la présence d'une unité mobile d'osmose inverse pilote installée entre le parc de stockage 161 et la station de comptage des eaux sales, ainsi que la présence de deux tanks de 30 m3 : un tank pour les eaux sales (issues de la station de comptage pour traitement) et un tank pour les concentrats (issus du traitement). Le raccordement de l'unité d'osmose inverse avait été réalisé avant la visite, le sous-traitant de l'exploitant était présent le jour de la visite dans le cadre des essais de mise en route et d'optimisation. Ce pilote</p>

traite les flux par dérivation de la station de comptage des eaux sales, un débit constant de 4 m3/h est prélevé (débit moyen total toutes productions confondues au niveau de la station de comptage de l'ordre de 25 m3/h). Préalablement au passage dans le module d'osmose inverse, le flux est pré-traité via plusieurs filtres (filtres à poches 50 µm puis filtres à charbon actif en série 10 µm). Le perméat est ensuite renvoyé au niveau de la station de comptage et les concentrats sont stockés dans un tank pour traitement externe.

L'objectif de cette première étape sur pilote in-situ est de valider :

- l'efficacité (performance du traitement, optimisation du choix de membranes, etc.) sur les flux au niveau du point de rejet des eaux sales moins chargées avant un déploiement plus en amont sur des points plus chargés ;
- la mise en œuvre opérationnelle (durée de vie des membranes, proportion de concentrats versus les perméats notamment) ;
- la faisabilité technico-économique (dont les exutoires pour les concentrats).

Commentaire n°6 : l'exploitant a indiqué en date du 3 mars 2025 que les premiers essais montraient que la concentration en TFA dans les perméats est inférieure à la limite de quantification de son laboratoire, mais que cette première phase de test de 15 jours pendant la montée en charge de la production avait déjà nécessité un premier changement de membrane et que le volume de concentrats était équivalent au volume de perméats.

Demande n°10 : l'exploitant transmettra **pour le 31 mars 2025**, ses premières conclusions quant à la performance de l'unité en place et sur les améliorations possibles (changement de membrane, ajout d'un pré-traitement, augmentation de capacité, ajout d'un pilote sur d'autres points pertinents du procédé, gestion des concentrats, etc.)

En parallèle, l'exploitant travaille avec son laboratoire en Allemagne et son sous-traitant sur l'optimisation en laboratoire. Il est prévu de réaliser des tests sur divers échantillons réels en production stabilisée. L'exploitant a précisé que ce sont ces études qui permettront de mieux identifier les améliorations possibles et les éventuelles unités de traitement adaptées. L'exploitant a précisé que ces études nécessitent plusieurs semaines.

Demande n°11 : l'exploitant transmettra **pour le 31 mai 2025** un compte-rendu des premiers essais relatifs à la traitabilité des effluents contenant des PFAS à plusieurs endroits du procédé.

Type de suites proposées : Avec suites

Proposition de suites : Demande de justificatif à l'exploitant

Proposition de délais : 3 mois

N° 5 : Suivi analytique des PFAS

Référence réglementaire : AP Complémentaire du 18/12/2024, article Article 4

Thème(s) : Risques chroniques, Plan d'action de réduction des PFAS - Production de Fipronil

Prescription contrôlée :

L'exploitant développe des méthodes analytiques en interne afin d'être en mesure de pouvoir analyser l'ensemble des PFAS spécifiques à chacune de ses productions (et les produits de dégradation associés) dès leur redémarrage. Ces méthodes analytiques devront faire l'objet d'analyses comparatives au cours du premier mois de production, sur au moins 3 échantillons (et

sur des matrices différentes : process, eaux propres et eaux sales), avec d'autres laboratoires accrédités s'il en existe. Un bilan de ces analyses comparatives sera transmis au plus tard 2 mois après le redémarrage de chaque production.

L'exploitant prend toutes les dispositions nécessaires afin que son sous-traitant développe dans les meilleurs délais les méthodes analytiques pour les substances PFAS en lien avec ses productions de Fipronil et Disulfure. L'exploitant communique les échéances pour ces développements au redémarrage de chaque production.

L'exploitant réalise avant le 1^{er} avril 2025, des mesures d'AOF sur des échantillons en vue d'instaurer un coefficient entre l'AOF et la concentration des PFAS spécifiques au site. Il communique les résultats à l'inspection pour le 1^{er} mai 2025.

Constats :

Maîtrise de l'autosurveillance

Il avait été demandé à l'exploitant d'expliquer les écarts significatifs (facteur 10) entre les mesures de son autosurveillance et celles du laboratoire mandaté pour les contrôles inopinés réalisés en mai 2024 sur les paramètres Fipronil et Fipronil sulfide. Faute de réponse circonstanciée du laboratoire mandaté, l'exploitant a réalisé et a fait réaliser par son sous-traitant habituel de nouvelles analyses de l'échantillon témoin qu'il avait conservé en juillet 2024, les résultats se sont montrés cohérents entre eux (écarts < 13%). Une nouvelle analyse de l'échantillon conservé par le laboratoire mandaté pour le contrôle inopiné a également été réalisée par les trois laboratoires en octobre 2024. L'exploitant a communiqué en date du 24 décembre 2024, un courrier synthétisant les résultats des analyses qui montre la cohérence des résultats des 3 laboratoires entre eux et avec les mesures de l'autosurveillance de mai 2024.

Commentaire n°7: au vu des résultats communiqués par l'exploitant, de l'absence d'éléments de traçabilité transmis par le laboratoire en charge des contrôles inopinés, des résultats cohérents sur l'échantillon analysé en octobre 2024 et des analyses croisées réalisées régulièrement entre l'exploitant et son sous-traitant, l'inspection confirme que les résultats du contrôle inopiné de mai 2024 ne sont pas valides pour les paramètres Fipronil et Fipronil sulfide.

L'exploitant a également communiqué les résultats des analyses croisées (échantillons eaux propres et eaux sales) avec son laboratoire sous-traitant pour 2022, 2023 et 2024 sur les paramètres pyrazole, fipronil et fipronil sulfide.

Commentaire n°8: les quelques écarts observés lors des essais croisés ont fait l'objet d'analyses et d'actions correctives le cas échéant. Le traitement est satisfaisant, l'inspection confirme que l'autosurveillance réalisée par l'exploitant est satisfaisante et que des mesures correctives sont prises si nécessaire. L'inspection note l'importance de l'homogénéisation de l'échantillon qui est régulièrement soulevée et demande à l'exploitant de porter une attention particulière sur cette étape avant l'analyse des substances PFAS.

Développement des méthodes d'analyses

L'exploitant a confirmé être en mesure d'analyser en interne 7 des 8 PFAS (DcpTFMA, TFA, disulfure, pyrazole, Fipronil-sulfide, Fipronil-sulfone et Fipronil) qui avaient été identifiées dans le cadre de la campagne ministérielle.

En ce qui concerne l'analyse du TFAE, l'exploitant a transmis une déclaration de son centre

d'expertise en Allemagne, datée du 24 octobre 2024, qui conclut sur l'impossibilité de développer une méthode pour quantifier le TFAE dans des échantillons aqueux sachant que la demi-vie du TFAE est d'environ 30 minutes, ce qui est incompatible avec les durées d'échantillonnage et d'analyse. Le rapport indique que l'accent doit être mis sur la quantification du TFA avec si nécessaire un pré-traitement des échantillons pour s'assurer de l'hydrolyse complète du TFAE).

L'exploitant a également communiqué par courriel du 27 février 2025, un rapport de son laboratoire sous-traitant daté du 21 février 2025 qui conclut que : « Pour le TFAE, il a été mis en avant que ce composé n'est pas stable dans l'eau et que sa dégradation est rapide et complète après 24 h, en TFA. ».

Commentaire n°9 : compte-tenu du temps de séjour chez BASF et dans la STEP Euroapi, des déclarations du centre d'expertise BASF et du laboratoire sous-traitant confirmant qu'il n'est pas possible que du TFAE soit rejeté en sortie de la STEP, l'inspection confirme que l'exploitant doit continuer à porter ses efforts sur la réalisation de mesures pertinentes et que l'objectif est de s'assurer de l'exhaustivité de la mesure de l'ensemble des PFAS (cf. demande n°2 du présent rapport).

Préalablement à la visite, l'exploitant avait communiqué le dossier de validation de méthode du laboratoire interne BASF pour le TFA. L'analyse du TFA est réalisée par chromatographie ionique. La limite de quantification est estimée à 0,44 mg/L pour les eaux propres et 0,88 mg/L pour les eaux sales. Des essais de spécificité, linéarité (établie entre 0,17 mg/L et 13,24 mg/L), répétabilité, stabilité, précision et robustesse ont été réalisés. Le dossier indique que la méthode est valide pour les eaux de rinçage et les eaux usées ainsi que dans les échantillons de processus de la synthèse du Fipronil.

Lors de la visite, l'inspection a également examiné par sondage le dossier de validation pour l'analyse de la sulfone. L'analyse est réalisée par LC-MS-MS (Chromatographie liquide et spectrométrie de masse en tandem), au même titre que les analyses pour l'ensemble des PFAS (hors TFA). La limite de quantification est estimée à 0,1 µg/L. Des essais de spécificité, linéarité (établie entre 0,039 µg/L - 12,608 µg/L), répétabilité, exactitude et stabilité ont été réalisés. Les autres substances disposent également de dossiers de validation (non examinés).

L'exploitant a communiqué par courriel du 27 février 2025, un rapport de son laboratoire sous-traitant daté du 21 février 2025 qui indique : « Le laboratoire a donc mis au point des méthodes d'analyses en LC-MSMS et GCMS pour le dosage de 3 composés organiques, le disulfure, le Sulfone et le DcpTFMA ». Le rapport précise que les limites de quantification, qui pourront être abaissées en fonction des résultats sur les premiers échantillons sont : LQ = 1 µg/L sur les eaux propres et LQ = 3 µg/L sur les eaux résiduelles.

Commentaire n°10: Les dossiers de validation présentés sont satisfaisants, l'exploitant pourra utilement compléter ses dossiers de validation de méthodes internes avec la détermination des incertitudes de mesure. L'inspection attend également de l'exploitant qu'il réalise une analyse critique des analyses régulières réalisées en parallèle par son laboratoire sous-traitant afin de s'assurer de l'absence de dérive de ses méthodes.

Type de suites proposées : Sans suite

N° 6 : Surveillance et fréquences des analyses de PFAS

Référence réglementaire : AP Complémentaire du 18/12/2024, article Article 5
Thème(s) : Risques chroniques, Plan d'action de réduction des PFAS - Production de Fipronil
Prescription contrôlée : <p>Dès redémarrage de la production de Fipronil, l'exploitant réalise les mesures de PFAS suivantes :</p> <ul style="list-style-type: none">- TFA :<ul style="list-style-type: none">• en amont et aval de la phase de traitement par osmose inverse (selon un plan analytique de mesure d'efficacité du système transmis pour validation à l'inspection des installations classées) ;• en sortie du site BASF (rejets ES et EP) 3 fois par semaine ;• en amont de la phase de traitement par ozonation de la STEP EUROAPI 3 fois par semaine ;• en sortie de la STEP EUROAPI (point SR406) 3 fois par semaine ;• au rejet eaux propres (point H) EUROAPI 3 fois par semaine.•- Autres PFAS (dont Fipronil, PFAS spécifiques et produits de dégradation) :<ul style="list-style-type: none">• en amont et aval de la phase de traitement par osmose inverse (selon un plan analytique de mesure d'efficacité du système transmis pour validation à l'inspection des installations classées) ;• en sortie du site BASF (rejets ES et EP) 3 fois par semaine ;• en amont de la phase de traitement par ozonation de la STEP EUROAPI 3 fois par semaine ;• en sortie de la STEP EUROAPI (point SR406) 3 fois par semaine ;• au rejet eaux propres (point H) EUROAPI 3 fois par semaine. <p>Les mesures réalisées sont transmises à l'inspection des installations classées dès disponibilité des résultats.</p> <p>Pendant les 2 mois qui suivent l'arrêt de la production l'exploitant procède à l'analyse 3 fois par semaine du TFA et des autres PFAS en sortie du site BASF (point ES) et en sortie de la STEP EUROAPI (point SR406).</p> <p>L'exploitant procède à l'analyse au moins 1 fois par semaine du TFA en sortie du site BASF (point ES) et de la STEP EUROAPI (point SR406) pendant 1 an.</p> <p>La liste des autres PFAS à surveiller fait l'objet d'une proposition de l'exploitant <u>qui doit être validée par l'inspection</u> des installations classées avant le démarrage des productions.</p>
Constats : <p><u>Planning analytique</u></p> <p>Lors de la visite, l'inspection a pu observer le planning analytique prévisionnel indiquant la réalisation d'analyses sur 7 PFAS (DCpTFMA, TFA, disulfure, pyrazole, Fipronil-sulfide, Fipronil-sulfone et Fipronil) à la fréquence attendue de 3 fois par semaine au niveau des points :</p> <ul style="list-style-type: none">- eaux propres et eaux sales de BASF- eaux propres et eaux sales de la STEP Euroapi.- amont/aval osmoseur et subtrat de l'osmoseur,- amont/aval ozoneur. <p>Une analyse de l'AOF est également prévue de manière hebdomadaire au niveau des points eaux propres et eaux sales et 3 fois par semaine en entrée/sortie de l'unité d'ozonation.</p>

Commentaire n°11 : le planning analytique est conforme aux attendus. L'exploitant complètera la liste des substances dès validation des méthodes pour les métabolites du Fipronil.

Résultats des analyses

L'exploitant a complété son autosurveillance à compter du 1^{er} janvier 2025, les résultats des analyses étaient en cours de validation.

L'exploitant a communiqué, par courriel en date du 19 février 2025, un fichier de synthèse des résultats des premières analyses des PFAS.

Commentaire n°12 : des échanges complémentaires auront lieu régulièrement avec l'exploitant sur les résultats des analyses, il est prévu que l'exploitant communique régulièrement une synthèse des données.

Demande n°12 : l'exploitant transmettra son analyse détaillée des mesures réalisées sur les mois de janvier et février 2025 **pour le 31 mars 2025.**

Type de suites proposées : Avec suites

Proposition de suites : Demande de justificatif à l'exploitant

Proposition de délais : 1 mois

N° 7 : Surveillance des eaux souterraines

Référence réglementaire : Arrêté Préfectoral du 17/10/2022, article 10.2.6.2

Thème(s) : Risques chroniques, Surveillance des effets de l'activité exercée

Prescription contrôlée :

[...] La surveillance mise en place tient compte de la liste des substances proposées par l'exploitant en collaboration avec EUROAPI FRANCE à l'inspection des installations classées. Ces substances sont susceptibles de caractériser une éventuelle pollution de la nappe compte tenu de l'activité, actuelle ou passée, des deux établissements. Les modalités de surveillance (notamment emplacement et caractéristiques des ouvrages) satisfont aux propositions de l'étude hydrogéologique réalisée par l'exploitant en collaboration avec EUROAPI FRANCE. La surveillance tient compte des caractéristiques locales.

Constats :

L'exploitant a présenté un devis pour la réalisation d'une étude visant à évaluer l'origine du TFA et réaliser un état des lieux des PFAS dans les eaux souterraines, sur site et hors site.

Suite à la visite d'inspection, l'exploitant a communiqué le bon de commande relatif à cette étude et indiqué que la réunion de cadrage a déjà été planifiée.

Commentaire n°13 : l'inspection souligne l'intérêt de réaliser cette étude sur les eaux souterraines et portera une attention particulière sur sa bonne réalisation.

Type de suites proposées : Sans suite