

In seguito alla visita ispettiva ordinaria svolta nei giorni 17 e 19 ottobre 2016 presso i nostri impianti e al ricevimento delle comunicazioni

- Diffida m_ante.DVA.REGISTRO UFFICIALE.U.00293.02-12-2016
- Relazione visita in loco ex art. 29-decies comma 5 D.Lgs 152/06 (via PEC il 06/12/2016)

vogliamo rispondere ai rilievi elencati nella diffida con i due allegati e confermare che è stata acquisita la "Condizione per il Gestore" descritta nella Relazione visita il loco.

Allegati:

- Evidenze fotografiche interventi (punti 1 e 2 della diffida)
- Equivalenze metodi analitici (punto 3 della diffida)

A disposizione per altre eventuali informazioni

Cordiali saluti

Spett.le

**ISTITUTO SUPERIORE PER LA
RICERCA AMBIENTALE**

Invio via mail

Protocollo.ispra@ispra.legalmail.it

ARPAT

Dipartimento Provinciale di Livorno

Arpat.protocollo@postacert.toscana.it

Rosignano M.mo, 07/12/2016

OGGETTO: Autorizzazione Integrata Ambientale INEOS MANUFACTURING ITALIA S.p.A. - Decreto del Ministero dell'Ambiente e della Tutela del Territorio e del Mare (prot. n. DVA-DEC-2010-0000896 del 30/11/2010) – Risposte a diffida e relazione in seguito visita annuale ARPAT ott./2016

In seguito alla visita ispettiva ordinaria svolta nei giorni 17 e 19 ottobre 2016 presso i nostri impianti e al ricevimento delle comunicazioni

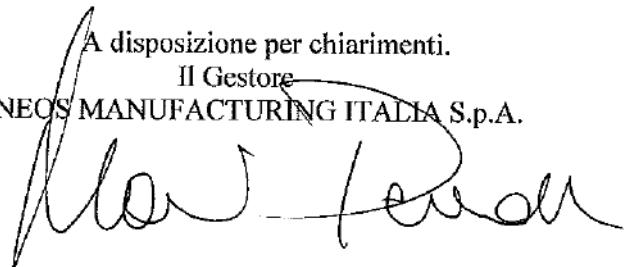
- Diffida m_amte.DVA.REGISTRO UFFICIALE.U.00293.02-12-2016
- Relazione visita in loco ex art. 29-decies comma 5 D.Lgs 152/06 (via PEC il 06/12/2016)

vogliamo rispondere ai rilievi elencati nella diffida con i due allegati e confermare che è stata acquisita la "Condizione per il Gestore" descritta nella Relazione visita il loco.

Allegati:

- Evidenze fotografiche interventi (punti 1 e 2 della diffida)
- Equivalenze metodi analitici (punto 3 della diffida)

A disposizione per chiarimenti.
Il Gestore
INEOS MANUFACTURING ITALIA S.p.A.



Spett.le

**INEOS MANUFACTURING ITALIA SPA
VIA PER ROSIGNANO KM. 1,9 57016
ROSIGNANO MARITTIMO (LI)**

Lucca, 07/12/2016
RT. AB1395.LP.CHIM

OGGETTO: Relazione di equivalenza tra metodo APAT CNR IRSA 3010 Man 29 2003 + APAT CNR IRSA 3020 Man 29 2003 e metodo EPA 3015 A 2007 + EPA 6020 A 2007 per l'analisi dell'alluminio nell'acqua di scarico SF1

1. Scopo dell'indagine

Il presente lavoro ha lo scopo di verificare l'equivalenza tra il metodo APAT CNR IRSA 3010 Man 29 2003 + APAT CNR IRSA 3020 Man 29 2003 e il metodo EPA 3015 A 2007 + EPA 6020 A 2007 tramite il confronto dei valori di alluminio ottenuti su uno stesso campione analizzato con entrambi i metodi.

2. Procedimento

E' stato analizzato un campione dell'acqua di scarico SF1 (16LA23027) con entrambi i metodi e i dati ottenuti sono stati messi a confronto utilizzando come giudizio di accettabilità l'incertezza estesa del metodo EPA 6020 A 2007. Come incertezza estesa è stato preso il valore di RSD di riproducibilità dell'alluminio (tabella 3 Cap. 17 del metodo EPA 6020 A 2007) moltiplicato per due.

EPA 3015 A 2007 + EPA 6020 A 2007:

il campione è stato mineralizzato seguendo quanto riportato nel metodo EPA 3015 A 2007 e poi è stato analizzato con ICP-MS seguendo le istruzioni del metodo EPA 6020 A 2007 (allegato 1)

APAT CNR IRSA 3010 Man 29 2003 + APAT CNR IRSA 3020 Man 29 2003:

Il campione è stato mineralizzato seguendo quanto riportato nel metodo APAT CNR IRSA 3010 Man 29 2003 ed è stato analizzato con ICP-OES seguendo le istruzioni del metodo APAT CNR IRSA 3020 Man 29 2003 con in aggiunta i controlli di qualità richiesti da EPA 6020A (allegato 2)

Nella tabella sotto sono riportati i dati delle prove effettuate:

Dato analisi EPA 3015 A 2007 + EPA 6020 A 2007 mg/l	Dato analisi APAT CNR IRSA 3010 Man 29 2003 + APAT CNR IRSA 3020 Man 29 2003 mg/l	Incertezza estesa EPA 3015 A 2007 + EPA 6020 A 2007 %	Range accettabilità considerando incertezza estesa del 22 % mg/l
0,662	0,646	da 22 a 28	0.66 ± 0.15

Le rette di taratura, i controlli di qualità ed i risultati strumentali sono riportati negli allegati 1 e 2.

3. Conclusioni

Dai dati riportati in tabella si nota che i valori riscontrati con i due metodi analitici sono confrontabili visto che il valore del metodo APAT rientra nel range di accettabilità del metodo EPA (RSD riproducibilità moltiplicato per due; $11 \times 2 = 22\%$).

Tutti i controlli di qualità richiesti dal metodo EPA sono rispettati anche dal metodo APAT (LCS, Matrix spike).

Lo strumento ICP-OES in dotazione al laboratorio è molto selettivo e permette l'acquisizione simultanea di più lunghezze d'onda, il che è particolarmente agevole per verificare la presenza di marcate interferenze spettrali secondo quanto riportato nella Tabella 2 del metodo APAT 3020; la lunghezza d'onda di riferimento 396 caratteristica per l'elemento Alluminio risulta scarsamente interferita.

Inoltre il software permette di verificare la risposta strumentale della riga analitica di riferimento con altre di confronto verificando che non vi siano dati anomali.

Detto questo si ritiene che il metodo APAT CNR IRSA 3010 Man 29 2003 + APAT CNR IRSA 3020 Man 29 2003 possa essere utilizzato ottenendo valori equivalenti a quelli che si ottengono con il metodo EPA 3015 A 2007 + EPA 6020 A 2007.

Il direttore del Laboratorio



ALLEGATO I

Nella tabella sotto sono riportati i dati della corsa strumentale con ICP MS metodo EPA 6020 A 2007

Type	CalBlk	CalStd	CalStd	CalStd	CalStd	CalStd	CalStd	CalStd	BlkVrfy	Sample	BlkVrfy	Sample	Sample	Sample	Sample	Sample	Sample	
06/12/2016	Level1	Level3	Level4	Level5	Level6	bnc1	std A	QC	bnc sca			sample A	sample B	sample C	std B	std C	QC Int	
	Bnc calibrazione	MR426 (10ppb Al)	MR426 (100ppb Al)	MR426 (200ppb Al)	MR426 (1000ppb Al)	< 33% del 1° punto Al	ICV BASSO: Il sorg 10ppb Al (30%) MR441	ICV MEDIO: Il sorg 500ppb Al (10%) MR441	< 33% del 1° punto Al	acqua di rubinetto	16la23027	LCS - spike 0,7ppm MR426 su acqua di rubinetto	MS A (spike 1,5ppm MR426 su 23027)	MS B (spike 1,5ppm MR426 su 23027)	< 33% 1° punto Al	CCV BASSO: I sorgente 10ppb Al (30%) MR426	CCV MEDIO: I sorgente 500ppb Al (10%) MR426	ICS = QC + Interferenti Al 500ppb (15%)
27 Al [He]	0	12,81	115,81	220,57	994,28	0	10,4	504,2	0	5,59	662,23	671,17	2448,72	2514,58	0,33	13,84	517,71	504,95
45 Sc (ISTD) [He]	100	95,4	94,7	93,1	94,1	98,5	100,1	103,2	113,4	117,1	105,6	115,8	96,9	96	96,5	85,9	89,7	101,5

ALLEGATO 2

Nella tabella sotto sono riportati i dati della corsa strumentale con ICP OES con metodo APAT CNR IRSA 3020 Man 29 2003 con inclusi i controlli del metodo EPA 6020 A 2007

06/12/2016	Descrizione	ppb
Retta Taratura (AI 396.142)	MR233 retta bassa	20-500
	MR233 retta alta	200-5000
ICB	< 33% del 1° punto	0
ICV retta bassa	STD II sorgente punto basso 20ppb (30%)	18,62
	STD II sorgente punto medio 200ppb (10%)	204,6
ICV retta alta	STD II sorgente punto basso 200ppb (30%)	187,2
	STD II sorgente punto medio 2000ppb (10%)	2039
BNC SCA	< 33% del 1° punto	0
acqua di rubinetto	campione per LCS	< 20
LCS SCA	spike 0,7ppm MR426 su acqua rubinetto	622,3
MS SCA A	spike 1,5ppm MR426 su 23027	1961
MS SCA B	spike 1,5ppm MR426 su 23027	1978
16LA23027	16LA23027	646,3
CCB	< 33% del 1° punto	0
CCV retta bassa	STD I sorgente punto basso 20ppb (30%)	15,13
	STD I sorgente punto medio 200ppb (10%)	197
CCV retta alta	STD I sorgente punto basso 200ppb (30%)	185,9
	STD I sorgente punto medio 2000ppb (10%)	2050

LEGENDA CONTROLLI STRUMENTALI

BNC SCA	Bianco di processo
ICV	Verifica iniziale di taratura realizzata con standard di seconda sorgente
ICV basso	Realizzato sul punto basso della retta con criterio di accettabilità 30%
ICV medio	Realizzato sul punto basso della retta con criterio di accettabilità 10%
LCS	Laboratory Control Sample, spike realizzato su acqua di rubinetto (0,7ppm, con concentrazione analoga a quella del campione in oggetto)
MS A / MS B	Spike in doppio su campione in oggetto (spike 2ppm)
CCV	Verifica continua di taratura realizzata con standard di prima sorgente
CCV basso	Realizzato sul punto basso della retta con criterio di accettabilità 30%
CCV medio	Realizzato sul punto basso della retta con criterio di accettabilità 10%



Risposta alle osservazioni rilevate in occasione della Visita Ispettiva Ordinaria 17-19/10/2016

Diffida per inosservanza ricevuta via PEC il 02/12/2016
(m_amte.DVA.REGISTRO UFFICIALE.U.0029318.02-12-2016)
di cui alla nota ISPRA prot. n. 69379 del 30/11/2016

Area 4 deposito temporaneo rifiuti punto 1-a della nota ISPRA

I cassoni contenenti i fanghi provenienti dalla filtropressatura delle acque vasche Degremont sono stati etichettati con lo specifico CER 070112 e coperti.
Restano tutt'ora in attesa di completare il conferimento in discarica.



Relativamente a questa area, riservata ai cassoni dei fanghi, è stato ripristinato lo specifico cartello.



Area 2 deposito terre e mat. demolizioni punto 1-b della nota ISPRA

Baie raccolta macerie cemento CER 170101, terre e rocce da scavo CER 170504 e asfalto da demolizione CER 170302 sono stati effettuati i conferimenti relativi alle giacenze presenti al momento della visita per cui oggi l'area risulta sgombra e comunque con i teli di copertura disponibili per i prossimi depositi.



Area raccolta intermedia punto 1-c della nota ISPRA

I big bags contenenti polimero trascinato dalle acque di processo risultano correttamente posizionati sotto l'apposita copertura, come mostrato nella foto successiva, tuttavia, ai fini di una corretta gestione dei rifiuti, stiamo ribadendo i vari incarichi e responsabilità per ciascuna area operativa previsti dalle procedure interne.



Stoccaggio materie prime impianto trattamento acque punto 2 della nota ISPRA

I contenitori di materie prime liquide per trattamento acque, così come alcuni contenitori riutilizzabili per altri usi sono stati separati ed etichettati sempre all'interno dell'area in oggetto.

I contenitori vuoti sono stati bonificati e rimosse le precedenti etichette.

Nei prossimi mesi cercheremo comunque di riorganizzare l'area con strutture più stabili e meglio organizzate.

