MINISTERO DELL'AMBIENTE E DELLA TUTELA DEL TERRITORIO E DEL MARE

DECRETO 25 febbraio 2011

Definizioni delle procedure per il riconoscimento di idoneità dei prodotti assorbenti e disperdenti da impiegare in mare per la bonifica dalla contaminazione da idrocarburi petroliferi. (11A03807)

(*GU n. 74 del 31-3-2011 - Suppl. Ordinario n.87*)

IL DIRETTORE GENERALE
per la protezione della natura e del mare

Vista la legge 31 dicembre 1982, n. 979, recante Disposizioni per la difesa del mare;

Vista la legge 8 luglio 1986, n. 349, istitutiva del Ministero dell'ambiente;

Visto il decreto legislativo del 30 marzo 2001, n. 165, recante norme generali sull'ordinamento del lavoro alle dipendenze delle amministrazioni pubbliche;

Visto il decreto direttoriale 11 dicembre 1997 di approvazione delle procedure per l'autorizzazione all'uso dei prodotti disinquinanti in mare;

Visto il decreto del Direttore generale per la difesa del mare del 23 dicembre 2002 di definizione delle procedure per il riconoscimento di idoneità dei prodotti disperdenti ed assorbenti da impiegare in mare per la bonifica dalla contaminazione da idrocarburi petroliferi;

Visto il decreto del Direttore generale per la protezione della natura del 24 febbraio 2004 di modifica del citato decreto direttoriale 23 dicembre 2002;

Visto il decreto direttoriale 31 marzo 2009 con il quale si riconosce l'impiegabilità in mare di prodotti composti da materiali inerti di origine naturale o sintetica, ad azione assorbente, per la bonifica dalla contaminazione da idrocarburi petroliferi;

Visto il decreto direttoriale DEC/DPN/1928 del 29 ottobre 2007 di istituzione, presso la Direzione per la protezione della natura, di un tavolo tecnico finalizzato alla formalizzazione di uno schema di revisione del citato decreto direttoriale del 23 dicembre 2002;

Considerati gli esiti dei lavori del suddetto tavolo tecnico relativamente alle specifiche tecniche dei prodotti assorbenti e disperdenti da impiegare in mare per la bonifica dalla contaminazione da idrocarburi petroliferi e alla definizione dei nuovi metodi analitici finalizzati a valutare l'efficacia e l'ammissibilità all'impiego in mare dei suddetti prodotti;

Ritenuto, pertanto, necessario procedere alla definizione di nuove procedure per il riconoscimento dell'idoneita' tecnica e della ecocompatibilità dei prodotti assorbenti e disperdenti con l'ambiente marino;

Decreta:

Art. 1
Campo di applicazione

1. Il presente decreto, comprensivo degli allegati 1, 2, 3, 4, 5 e 6 che ne fanno parte integrante, definisce le procedure amministrative e tecniche necessarie per conseguire il riconoscimento di idoneità esclusivamente dei prodotti da impiegare per la bonifica dell'ambiente marino dalla contaminazione da idrocarburi petroliferi, appartenenti alle seguenti tipologie:
   - prodotti assorbenti di origine sintetica o naturale non inerti;
   - prodotti disperdenti di origine sintetica o naturale;

2. Sono esclusi dal campo di applicazione del presente Decreto i prodotti ad azione biologica e i prodotti di origine sintetica ad azione disinquinante non compresi nel precedente comma.

Art. 2
Definizioni

Ai fini del presente decreto si applicano le seguenti definizioni:

- prodotti assorbenti di origine sintetica o naturale non inerti: materiali insolubili di natura chimica utilizzati per rimuovere gli idrocarburi petroliferi sfruttando le loro capacità adsorbenti;
- prodotti disperdenti di origine sintetica o naturale: agenti chimici che, attraverso un meccanismo di micellazione, favoriscono la dispersione degli idrocarburi petroliferi nella colonna d'acqua;
- prodotti ad azione biologica: colture microbiologiche (batteri, funghi o lieviti), additivi enzimatici o additivi nutritivi ad azione biodegradante sugli idrocarburi petroliferi;
- prodotti di origine sintetica ad azione disinquinante: prodotti con meccanismo di azione diverso da quello assorbente o disperdente.

Art. 3
Istanza di riconoscimento di idoneità per i prodotti assorbenti o disperdenti

1. Le società produttrici ovvero le società che intendano immettere sul mercato nuovi prodotti appartenenti alle tipologie di cui all'art. 1 del presente decreto devono presentare istanza di riconoscimento di idoneità degli stessi al Ministero dell'ambiente e della tutela del territorio e del mare - Direzione generale per la protezione della natura e del mare, via Cristoforo Colombo, 44 - 00147 Roma.

2. Tali istanze devono essere corredate dalla documentazione di cui all'allegato 1, comprensiva della scheda tecnica del prodotto redatta in conformità alle indicazioni di cui all'allegato 2 o 3, alla documentazione relativa ai test e alle prove di laboratorio di cui all'allegato 4 o 5 e la documentazione relativa alle informazioni da apporre sull'involucro esterno del prodotto redatta in conformità alle indicazioni di cui all'allegato 6.

3. La documentazione relativa ai test e alle prove di laboratorio di cui al precedente comma 2 dovrà pervenire da Enti e/o Istituti pubblici conformi ai requisiti della norma UNI CEI EN ISO/IEC 17025 e che dimostrino di partecipare a circuiti di intercalibrazione nazionali e/o internazionali, ovvero da laboratori privati accreditati ai sensi della norma UNI CEI EN ISO/IEC 17025.

Art. 4
Istruttoria per il riconoscimento di idoneità

1. Il Ministero dell'ambiente e della tutela del territorio e del mare verificata la conformità delle istanze di cui al precedente art. 3, trasmette all'Istituto superiore per la protezione e la ricerca ambientale e all'Istituto superiore di sanità la documentazione tecnica necessaria ai fini dell'acquisizione di un parere congiunto sull'idoneita' dei prodotti assorbenti o disperdenti.

2. Il Ministero dell'ambiente e della tutela del territorio e del mare, sulla base della conformità della documentazione di cui all'art. 3 e dei pareri tecnici di cui al precedente comma 1, provvede, entro 90 (novanta) giorni dal ricevimento dell'istanza, ad emanare un provvedimento che riconosce l'idoneita' dei prodotti assorbenti o disperdenti all'impiego in mare per la bonifica dalla contaminazione da idrocarburi petroliferi.

3. Qualora nel corso della istruttoria si renda necessaria l'acquisizione di documentazione integrativa, il termine di novanta giorni di cui al comma 2, e' sospeso fino alla data di ricevimento della suddetta documentazione.

4. Il Ministero dell'ambiente e della tutela del territorio e del mare renderà pubblico sul sito internet istituzionale l'elenco dei prodotti assorbenti o disperdenti riconosciuti idonei ai sensi del presente decreto.

Art. 5
Impiego dei prodotti riconosciuti idonei

1. Il provvedimento di cui al precedente articolo 4, comma 2 non costituisce formale autorizzazione all'effettivo impiego in mare dei prodotti assorbenti o disperdenti riconosciuti idonei. Tale autorizzazione deve essere appositamente rilasciata, di volta in volta, dal Centro operativo antinquinamento operante presso il Ministero dell'ambiente e della tutela del territorio e del mare - Direzione generale per la protezione della natura e del mare - Divisione VIIª.

2. Il Ministero dell'ambiente e della tutela del territorio e del mare, sulla base di eventuali indicazioni fornite dall'Istituto superiore per la protezione

e la ricerca ambientale e/o dall'Istituto superiore di sanità, e attraverso il provvedimento di riconoscimento di idoneità, può imporre prescrizioni all'impiego in mare dei prodotti assorbenti o disperdenti riconosciuti idonei.

3. I prodotti assorbenti o disperdenti riconosciuti idonei dovranno riportare sull'involucro esterno le informazioni di cui all'allegato 6 al presente decreto.

Art. 6
Durata e rinnovo del provvedimento di riconoscimento di idoneità

1. Il provvedimento del Ministero dell'ambiente e della tutela del territorio e del mare, di cui al precedente art. 4, comma 2, ha durata quinquennale ed e' rinnovabile, all'atto della scadenza, con le modalità di cui ai successivi commi 2 e 3.

2. Qualora il prodotto già riconosciuto idoneo ai sensi del presente decreto non abbia mutato la sua composizione chimica e le sue caratteristiche fisiche alla data di scadenza del provvedimento di riconoscimento di idoneità, la società produttrice o che immette sul mercato il prodotto assorbente o disperdente, deve presentare una dichiarazione in cui si attesta che il prodotto ha conservato immutate la composizione chimica e le caratteristiche fisiche dalla data del suddetto provvedimento di riconoscimento di idoneità. E' fatta salva la facoltà del Ministero dell'ambiente e della tutela del territorio e del mare, sentito il parere dell'Istituto superiore per la protezione e la ricerca ambientale e dell'Istituto superiore di sanità, di richiedere alla società produttrice o che immette sul mercato il prodotto assorbente o disperdente, documentazione tecnica integrativa che sia di supporto alla procedura del rinnovo del provvedimento di riconoscimento di idoneità.

3. Qualora il prodotto già riconosciuto idoneo ai sensi del presente decreto abbia mutato la sua composizione chimica e le sue caratteristiche fisiche alla data di scadenza del provvedimento di riconoscimento di idoneità, la società produttrice o che immette sul mercato il prodotto assorbente o disperdente, deve presentare una nuova istanza secondo le procedure di cui all'art. 3 del presente decreto al fine di ottenere il rinnovo del suddetto provvedimento.

Art. 7
Aggiornamento degli allegati

1. L'aggiornamento delle procedure tecniche contenute negli allegati al presente decreto e' effettuato con decreto del direttore generale per la protezione della natura e del mare.

Art. 8
Disposizioni transitorie e finali

1. Sono fatte salve le istanze per il riconoscimento di idoneità dei prodotti assorbenti o disperdenti presentate ai sensi del decreto direttoriale 23 dicembre 2002 e s.m.i. nei novanta giorni successivi alla pubblicazione del presente decreto.

2. I prodotti assorbenti e disperdenti riconosciuti idonei ai sensi del decreto direttoriale 23 dicembre 2002 e s.m.i. mantengono la loro idoneità sino alla naturale scadenza del provvedimento con il quale tale idoneità e' stata riconosciuta. Il relativo rinnovo seguirà le procedure amministrative e tecniche di cui al presente decreto.

3. Il decreto del direttore generale dell'ispettorato centrale per la difesa del mare dell'11 dicembre 1997 «Approvazione delle procedure per l'autorizzazione all'uso dei prodotti disinquinanti in mare», il decreto del direttore generale per la difesa del mare del 23 dicembre 2002 «Definizione delle procedure per il riconoscimento di idoneità dei prodotti disperdenti ed assorbenti da impiegare in mare per la bonifica dalla contaminazione da idrocarburi petroliferi» e il decreto del direttore generale per la protezione della natura del 24 febbraio 2004 «Provvedimento di modifica del decreto 23 dicembre 2002 concernente ''Definizione delle procedure per il riconoscimento di idoneità dei prodotti disperdenti ed assorbenti da impiegare in mare per la bonifica dalla contaminazione da idrocarburi petroliferi» sono abrogati.

Roma, 25 febbraio 2011 Il direttore generale: Grimaldi

ALLEGATO 1

Documentazione da allegare all'istanza di idoneità

La documentazione che deve essere allegata alla istanza con la quale si richiede il riconoscimento di idoneità ai sensi del presente Decreto di un prodotto assorbente o disperdente è quella di seguito elencata:

a) scheda tecnica del prodotto assorbente o disperdente di cui agli Allegati 2 o 3;

b) documentazione attestante che il laboratorio che ha eseguito le prove, se Ente e/o Istituto Pubblico sia conforme ai requisiti della norma UNI CEI EN ISO/IEC 17025 ovvero che partecipi a circuiti di intercalibrazione nazionali e/o internazionali, ove fosse privato sia accreditato ai sensi della norma UNI CEI EN ISO/IEC 17025;

c) documentazione relativa alle prove di laboratorio effettuate ai sensi degli Allegati 4 o 5, comprendente i rapporti di prova corredati dai risultati dei test, elaborazione statistica, dati grezzi relativi a tutte le misure effettuate, schede tecniche A, B, C e D di seguito riportate;

d) documentazione relativa alle informazioni da riportare sull'involucro esterno del prodotto di cui all'Allegato 6.

SCHEDA A – Scheda tecnica riassuntiva delle informazioni

Nome del prodotto				
Forma con cui il prodotto è commercializzato (se assorbente)				
Produttore				
Responsabile dell'immissione nel mercato				
Elenco dei componenti chimici:				
Nome	numero CAS	percentuale in peso		
		minima	media	massima
1) 2) 3) …				

Sostanze in tracce	
Classificazione di pericolosità	
Stato fisico	
Peso Specifico	
Densità a 20°C	
Viscosità cinematica a 20°C	
Intervallo di viscosità entro cui il prodotto risulta efficace	
Punto di intorbidimento	
Infiammabilità	
Data di scadenza	
Precauzioni per lo stoccaggio	
Precauzioni per la conservazione	
Temperature di conservazione (min, max intervallo ottimale)	
Temperature che potrebbero causare la separazione dei componenti in soluzione, il cambiamento di stato chimico o fisico o un'alterazione dell'efficacia del prodotto	
Modalità per la manipolazione in sicurezza da parte dell'operatore	
Modalità di preparazione (tal quale o diluito)	
Modalità di impiego, recupero ed eventuale riutilizzo	
Condizioni meteo-marine ottimali per l'impiego	
Indicazioni di possibili restrizioni all'impiego	

SCHEDA B – Scheda restituzione dati del test di efficacia

Nome del prodotto				
	Replica 1	Replica 2	Replica 3	Replica 4
P = quantità di petrolio espressa in grammi (g)				
V = volume del campione (0,5 L)				
C = concentrazione iniziale del petrolio (g/L)				
p_1 = petrolio disperso espresso in grammi (g) nella prima aliquota (punto 2.1.2 lettera e)				
v_1 = volume della prima aliquota da saggio (50 mL)				
c_1 = concentrazione (g/L) di petrolio disperso misurato nella prima aliquota (50 mL)				

SCHEDA C – Scheda per la restituzione dati del test di stabilità

Stabilità in condizioni di agitazione:				
	Replica 1	Replica 2	Replica 3	Replica 4
p_2 = petrolio disperso espresso in grammi (g) nella seconda aliquota, di cui al par. 2.2.1				
v_2 = volume della seconda aliquota da saggio (100 mL)				
c_2 = concentrazione (g/L) di olio minerale disperso ed emulsionato misurato nella seconda aliquota da saggio (100 mL)				
S% = stabilità in condizioni di agitazione ovvero percentuale di petrolio disperso dopo un' ora.				
(E-S)% = scostamento della stabilità dall'efficacia				

Stabilità in condizioni di calma:				
	Replica 1	Replica 2	Replica 3	Replica 4
p_3 = petrolio disperso espresso in grammi (g) in ciascuna delle tre aliquote, di cui al par. 2.2.2				
v_3 = volume della aliquota da saggio (50 mL)				
c_3 = concentrazione (g/L) di petrolio disperso misurato nell'aliquota da saggio a un'ora (50 mL)				

S% = stabilità in condizioni di calma ovvero percentuale di petrolio disperso dopo un' ora.				
(E-S)% = scostamento della stabilità dall'efficacia				

SCHEDA D – Scheda per la restituzione dati dei saggi di tossicità

GENERALITA'

Denominazione prodotto	
Organismo test	
Metodo di prova	
Origine organismi[1]	

SENSIBILITA' SPECIFICA

Sostanza tossica di riferimento	
Range di riferimento e/o carta di controllo	
EC50 e limiti fiduciali (controllo positivo)	

SINTESI RISULTATI SAGGI

Data inizio prova						
Durata (ore)						
Concentrazioni testate (mg/L)	controllo	Conc. 1	Conc. 2	Conc. 3	Conc. 4	Conc. 5
Parametro di controllo 1						
Parametro di controllo 2						
Luce e fotoperiodo						
Temperatura (°C) di esposizione						
Acqua usata per il test	naturale/artificiale					
Metodo di calcolo EC50	pH					
	Salinità					
	Provenienza (*se naturale)*					
Sintesi dei Risultati						
EC 50 (mg/L)						
Parametri validazione[2]			L.F. INF		L.F. SUP	
Osservazioni[3]						

Dati grezzi

controllo	replica 1	replica 2	replica 3	Media ± s
	replica 4	replica 5	replica 6	
Concentrazione 1 (mg/L)	replica 1	replica 2	replica 3	Media ± s
	replica 4	replica 5	replica 6	
Concentrazione 2 (mg/L)	replica 1	replica 2	replica 3	Media ± s
	replica 4	replica 5	replica 6	
Concentrazione 3 (mg/L)	replica 1	replica 2	replica 3	Media ± s
	replica 4	replica 5	replica 6	
Concentrazione 4 (mg/L)	replica 1	replica 2	replica 3	Media ± s
	replica 4	replica 5	replica 6	
Concentrazione 5 (mg/L)	replica 1	replica 2	replica 3	Media ± s
	replica 4	replica 5	replica 6	
Concentrazione 6 (mg/L)	replica 1	replica 2	replica 3	Media ± s
	replica 4	replica 5	replica 6	

Considerazioni conclusive/Note

[1]Specificare se trattasi di popolazioni selvatiche, commerciali o allevate e la loro provenienza;

[2]Indicare i parametri di validazione quali ad esempio l'effetto sul controllo (mortalità, tasso di crescita, etc.);

[3]Riportare eventuali osservazioni utili sul comportamento degli organismi e/o sull'aspetto delle soluzioni durante l'esecuzione delle prove.

ALLEGATO 2

Indicazioni per la elaborazione della SCHEDA TECNICA di prodotti ASSORBENTI di origine sintetica o naturale non inerti

La Scheda Tecnica di un prodotto assorbente di origine sintetica o naturale non inerte per il quale si richiede il riconoscimento di idoneità ai sensi del presente Decreto deve contenere le seguenti informazioni:

a) nome e forma con i quali il prodotto sarà commercializzato;

b) identificazione del produttore e del responsabile dell'immissione sul mercato;

c) elenco dei componenti chimici e loro percentuale in peso (le percentuali devono indicare i pesi minimi, massimi e medi allo scopo di rappresentare il controllo della qualità e della variabilità del formulato);

d) numeri di registrazione attribuiti, ai sensi dell'art. 20, paragrafo 3 del regolamento (CE) n.1907/2006 ("regolamento REACH"), alle sostanze chimiche presenti nel prodotto e, qualora mancanti, indicazioni sulle motivazioni di tale mancanza;

e) assenza o presenza in tracce delle sostanze di cui alla tabella 1/A dell'Allegato 1 del Decreto 14 aprile 2009, n. 56 "Regolamento recante «Criteri tecnici per il monitoraggio dei corpi idrici e l'identificazione delle condizioni di riferimento per la modifica delle norme tecniche del Decreto legislativo 3 aprile 2006, n. 152, recante Norme in materia ambientale, predisposto ai sensi dell'articolo 75, comma 3, del Decreto legislativo medesimo»";

f) classificazione di pericolosità ai sensi del Regolamento (CE) n. 1272/2008 del Parlamento Europeo del Consiglio del 16 dicembre 2008 relativo alla classificazione, all'etichettatura e all'imballaggio delle sostanze e delle miscele che modifica e abroga le Direttive 67/548/CEE e 1999/45/CE e che reca modifica al Regolamento (CE) n. 1907/2006 ("regolamento REACH");

g) stato fisico;

h) peso specifico;

i) infiammabilità (secondo il metodo UNI EN ISO 2719: 2005 o secondo il metodo ASTM D93);

j) data di scadenza;

k) precauzioni per lo stoccaggio e la conservazione;

l) temperature minima e massima di conservazione (incluso il *range* ottimale);

m) modalità per la manipolazione in sicurezza da parte dell'operatore;

n) modalità di impiego, recupero ed eventuale riutilizzo;

o) condizioni meteo-marine ottimali per l'impiego;

p) indicazioni di possibili restrizioni all'impiego.

ALLEGATO 3

Indicazioni per la elaborazione della SCHEDA TECNICA di prodotti DISPERDENTI di origine sintetica o naturale

La Scheda Tecnica di un prodotto disperdente di origine sintetica o naturale per il quale si richiede il riconoscimento di idoneità ai sensi del presente Decreto deve contenere le seguenti informazioni:

a) nome con il quale il prodotto sarà commercializzato;

b) identificazione del produttore e del responsabile dell'immissione sul mercato;

c) elenco dei componenti chimici e loro percentuale in peso (le percentuali devono indicare i pesi minimi, massimi e medi allo scopo di rappresentare il controllo della qualità e della variabilità del formulato);

d) numeri di registrazione attribuiti, ai sensi dell'art.20, paragrafo 3 del regolamento (CE) n.1907/2006 ("regolamento REACH"), alle sostanze chimiche presenti nel prodotto e, qualora mancanti, indicazioni sulle motivazioni di tale mancanza;

e) elenco dei componenti principali suddiviso almeno nelle seguenti categorie: agenti ad azione disperdente, solventi e additivi;

f) assenza o presenza in tracce delle sostanze di cui alla tabella 1/A dell'Allegato 1 del Decreto 14 aprile 2009, n. 56 "Regolamento recante «Criteri tecnici per il monitoraggio dei corpi idrici e l'identificazione delle condizioni di riferimento per la modifica delle norme tecniche del Decreto legislativo 3 aprile 2006, n. 152, recante Norme in materia ambientale, predisposto ai sensi dell'articolo 75, comma 3, del Decreto legislativo medesimo»";

g) classificazione di pericolosità ai sensi del Regolamento (CE) n. 1272/2008 del Parlamento Europeo del Consiglio del 16 dicembre 2008 relativo alla classificazione, all'etichettatura e all'imballaggio delle sostanze e delle miscele che modifica e abroga le Direttive 67/548/CEE e 1999/45/CE e che reca modifica al Regolamento (CE) n. 1907/2006 ("regolamento REACH");

h) stato fisico;

i) peso specifico;

j) densità a 20°C;

k) viscosità cinematica a 20°C (secondo il metodo ASTM D 445);

l) punto di intorbidimento (secondo le norme IP 219/67 o secondo il metodo ASTM D2500);

m) intervallo di viscosità cinematica dell'idrocarburo a 20°C entro cui il prodotto risulta efficace;

n) infiammabilità (secondo il metodo UNI EN ISO 2719: 2005 o secondo il metodo ASTM D93);

o) data di scadenza;

p) precauzioni per lo stoccaggio e la conservazione;

q) temperature minima e massima di conservazione (incluso il *range* ottimale);

r) temperature che potrebbero causare la separazione dei componenti in soluzione, il cambiamento di stato chimico o fisico o un'alterazione dell'efficacia del prodotto;

s) modalità per la manipolazione in sicurezza da parte dell'operatore;

t) modalità di preparazione (tal quale o diluito);

u) modalità di impiego, recupero ed eventuale riutilizzo;

v) condizioni meteo-marine ottimali per l'impiego;

w) indicazioni di possibili restrizioni all'impiego.

ALLEGATO 4

METODOLOGIE ANALITICHE e CRITERI DI ACCETTABILITÀ delle risultanze dei test necessari per il riconoscimento di idoneità dei prodotti ASSORBENTI di origine sintetica o naturale non inerti

1. Al fine di riconoscere l'idoneità all'impiego in mare per la bonifica dalla contaminazione da idrocarburi petroliferi, un prodotto assorbente di origine sintetica o naturale non inerte deve essere sottoposto ai seguenti test:

a) test di efficacia di assorbimento da eseguirsi secondo quanto indicato al punto 2 del presente Allegato;

b) saggi di tossicità da eseguirsi secondo quanto indicato al punto 4 del presente Allegato.

2. **Test di efficacia di assorbimento**

Sono riportati i test per determinare l'idoneità del prodotto in termini di efficacia assorbente e di reversibilità del processo di assorbimento stesso. Quest'ultimo test può interpretarsi come una determinazione della stabilità dell'azione assorbente. I test proposti richiedono oltre alla normale strumentazione di laboratorio (inclusi termostato a circolazione sia interna, sia esterna di acqua ed estrattore Soxhlet), la seguente apparecchiatura specifica:

- dispositivo schiumatore-scolatore (Fig.1);
- dispositivo per test di cessione del petrolio assorbito (Fig. 2);
- agitatore oscillante termostatato, tipo Dubnoff.

2.1 Efficacia assorbente

2.1.1 Principio del metodo

Il metodo tende a determinare la capacità di assorbimento di solidi di tipo galleggiante nei confronti di petrolio stratificato su acqua di mare sintetica. Sono di seguito indicati due test da effettuare che consentono rispettivamente di:

A. determinare la quantità totale di petrolio eliminato come somma della quantità di petrolio assorbita dalle particelle assorbenti e di quella conglobata dalle particelle stesse;
B. determinare la quantità di petrolio eliminata per solo assorbimento dalle particelle assorbenti.

Test A

Preparare l'acqua di mare sintetica con la composizione in g/L di cui alla tabella 1. Pesare le quantità di sali utilizzando reattivi di grado analitico e solubilizzarle con acqua ultrapura (bidistillata e/o deionizzata).

Tabella 1. Composizione dell'acqua di mare sintetica

Sale	Concentrazione (g/L)
NaCl	22
$MgCl_2\ 6H_2O$	9,7
Na_2SO_4 (anidro)	3,7
$CaCl_2$ (anidro)	1,0
KCl	0,65
$NaHCO_3$	0,20
H_3BO_3	0,023

In una vaschetta di porcellana di forma rotonda (d.i. 21 cm, h 8,5 cm) introdurre 500 mL di acqua di mare sintetica; su di essa stratificare 150 mL di petrolio greggio *Arabian Light*, quindi spargere sulla superficie 10 g di prodotto assorbente. Porre la vaschetta su un termostato a 20°C ed agitare orizzontalmente per 5 minuti a 67 oscillazioni/minuto. Al termine raccogliere dalla superficie liquida l'assorbente imbevuto di petrolio, usando l'apposito schiumatore dotato di reticella metallica (400 maglie/cm^2; diametro del filo 0,1 mm) indicato in Fig. 3. Prelevare dalla quantità raccolta un'aliquota di 1- 2 g e sottoporla immediatamente a procedura di estrazione come di seguito riportata; trattare la parte rimanente come indicato nel test B.

Trattare l'aliquota di 1-2 g in un estrattore Soxhlet per 3 ore con 200 mL di una miscela estraente costituita da 80 volumi di *n*-esano e 20 volumi di metil-*t*-butiletere (MTBE). Effettuare la determinazione degli oli minerali sull'estratto seguendo il metodo ISO 9377-2 (2002). Seccare all'aria il campione di solido assorbente al termine dell'estrazione e pesarlo.

Analizzare l'assorbente non trattato con petrolio, con la stessa procedura analitica sopra riportata (bianco del metodo).

Calcolare la quantità di petrolio assorbito e conglobato come segue:

[Peso petrolio estratto(g) / Peso assorbente seccato (g)] – [Peso estratto del bianco (g) / Peso assorbente del bianco (g)].

Test B

Lo schiumatore, con il prodotto assorbente ed il petrolio trattenuto utilizzato per il test A, viene posto in posizione verticale per 3 ore per permettere, attraverso la reticella di cui è dotato lo schiumatore stesso, l'eliminazione del petrolio conglobato fra le particelle assorbenti. Al termine di tale tempo si preleva un campione di assorbente più petrolio assorbito di 2-3 g e si procede alla determinazione degli oli minerali come indicato per il test A.

Calcolare la percentuale di petrolio assorbito attraverso il rapporto fra grammi di petrolio assorbito rispetto al peso del campione espresso in grammi secondo la formula riportata nel test A.

3. **Test di stabilità dell'azione assorbente**

Si esegue una prova con un campione ottenuto con le modalità indicate nei test A e B del punto 2.1.1 dell'Allegato 4. Al termine delle tre ore di sgocciolamento previste nel test B, si preleva un'aliquota di campione, per effettuare il test di cessione utilizzando l'apparecchiatura indicata in Fig. 2. Il tubo di vetro di Fig. 2, chiuso all'estremità inferiore, viene riempito per metà di acqua di mare sintetica e termostatato a 20°C. Sulla superficie dell'acqua viene versato un quantitativo di campione prelevato dallo schiumatore al termine delle 3 ore tale da produrre uno strato di 4 cm di altezza; si chiude l'estremità superiore del tubo con l'apposito tappo dotato di reticella metallica, dello stesso tipo di quella usata per lo schiumatore, al quale è collegato un tubo di efflusso. Si fanno scorrere nel tubo, dal basso verso l'alto, con l'ausilio di una pompa, 25 litri di acqua di mare sintetica termostata a 20°C attraverso il campione solido per 30 minuti. Al termine si prelevano 2-3 g di campione solido così trattato, si sottopongono ad estrazione in Soxhlet e sull'estratto si procede all'analisi degli oli minerali con il metodo ISO 9377-2 (2002) citato.

I risultati del presente test devono essere riportati sull'involucro esterno del prodotto, ai sensi dell'Allegato 6 (punto h) del presente Decreto.

4. **Saggi di tossicità**

Il saggio indicato verifica che non vengano rilasciati nell'acqua di mare, dal prodotto assorbente, composti in grado di esercitare un'azione tossica su organismi marini.

Il saggio di tossicità deve essere eseguito sull'eluato del prodotto, impiegando almeno una delle specie di crostacei di cui alla tabella seguente, con il relativo metodo (e suoi successivi aggiornamenti) e periodo di esposizione.

Specie	Metodo	Periodo di esposizione
Acartia tonsa	UNICHIM pr MU 2365 (2010)	48h
Artemia franciscana	APAT-IRSA-CNR 8060 (2003)	96h
Amphibalanus amphitrite	UNICHIM pr MU 2245 (2010)	48h
Corophium orientale	UNICHIM pr MU 2246 (2010)	96h
Tigriopus fulvus	UNICHIM pr MU 2396 (2010)	96h

4.1. Preparazione dell'eluato del prodotto

a) distribuire il prodotto assorbente in acqua marina sintetica, preparata secondo quanto indicato nella tabella al punto 2.1.1 del presente Allegato, alla concentrazione di 20 g/L;

b) tenere in agitazione la sospensione, termostatando a 25°C, per un periodo di 48 ore. Al termine di tale periodo filtrare su filtro in fibra di vetro di 1-2 µm. Il liquido così ottenuto dopo filtrazione costituisce l'eluato da utilizzare tal quale per l'esecuzione del saggio di tossicità prescelto.

5. **Criteri di accettabilità delle risultanze dei test ai fini del riconoscimento di idoneità di un prodotto assorbente di origine sintetica o naturale non inerte**

Sulla base del test di efficacia (test B) un prodotto è considerato accettabile, quando l'assorbente è in grado di trattenere almeno il 60% di petrolio rispetto al suo peso.

Sulla base del saggio di tossicità un prodotto è considerato accettabile quando non mostri effetti di tossicità statisticamente significativi (P >0,05 mediante test-t per campioni a varianza disomogenea) rispetto al controllo.

ALLEGATO 5

METODOLOGIE ANALITICHE e CRITERI DI ACCETTABILITÀ
delle risultanze dei test necessari per il riconoscimento di idoneità dei prodotti
DISPERDENTI di origine sintetica o naturale

1. Al fine di riconoscere l'idoneità all'impiego in mare per la bonifica dalla contaminazione da idrocarburi petroliferi un prodotto disperdente di origine sintetica o naturale deve essere sottoposto ai seguenti test secondo le modalità di preparazione di cui all'Allegato 3, lettera s) del presente Decreto:

a) test di efficacia e stabilità da eseguirsi secondo quanto indicato al punto 2 del presente Allegato;

b) test di biodegradabilità da eseguirsi secondo quanto indicato al punto 3 del presente Allegato;

c) valutazione del potenziale di bioaccumulo da eseguirsi secondo quanto indicato al punto 4 del presente Allegato;

d) saggi di tossicità da eseguirsi secondo quanto indicato al punto 5 del presente Allegato.

2. Test di efficacia e stabilità

2.1. Test di efficacia

L'efficacia del disperdente viene determinata in termini di olio sospeso ed emulsionato dopo l'aggiunta del prodotto in esame in condizioni standardizzate di agitazione e in termini di stabilità dell'emulsione, determinata quest'ultima sia in condizioni standard di agitazione, sia in condizioni di calma. Entrambe queste caratteristiche (efficacia del disperdente e stabilità dell'emulsione) si basano sulla determinazione del parametro oli minerali, da effettuarsi seguendo il metodo ISO 9377-2 (2002).

2.1.1. Strumentazione

pH-metro, stufa, bilancia analitica, micropipetta, termometro (0-50 °C) e agitatore oscillante termostatato, (tipo Dubnoff, regolabile a 67 oscillazioni/minuto con una escursione orizzontale di 6 cm).
Per la parte relativa alla determinazione degli idrocarburi totali fare riferimento al metodo ISO 9377-2 (2002).

2.1.2. Modalità esecutive

a. Preparare una soluzione di disperdente e petrolio grezzo *Arabian Light*, miscelando una parte di disperdente con 10 parti di petrolio;
b. introdurre 500 mL di acqua marina preparata secondo lo schema riportato in tabella 1 di cui all'Allegato 4, in ciascuno dei 4 imbuti separatori da 500 mL (3 repliche e 1 controllo);
c. misurare e registrare la temperatura dell'acqua (20±1 °C);
d. aggiungere 500 μL della soluzione disperdente+petrolio nelle 3 repliche e 500 μL di petrolio senza disperdente nel controllo;

e. agitare energicamente ciascun imbuto separatore per 2 min. Al termine dell'agitazione prelevare un'aliquota di 50 mL su cui eseguire il dosaggio della quantità di petrolio grezzo disperso, effettuato in accordo con il metodo indicato al par 2.1 del presente Allegato;

f. prelevare un'ulteriore aliquota di 100 mL da ciascun imbuto su cui effettuare il test di stabilità in condizioni di agitazione;

g. porre gli imbuti separatori con l'aliquota rimanente (350 mL) in termostato a 20°C da utilizzare successivamente per il test di stabilità in condizioni di calma.

2.2. Test di stabilità

La stabilità del petrolio disperso deve essere misurata sia in condizioni di agitazione sia in condizioni di calma.

2.2.1. Test in condizioni di agitazione

Travasare l'aliquota di 100 mL in una beuta da 250 mL. Agitare per 6 ore a 67 oscillazioni/minuto usando l'agitatore Dubnoff termostatato a 20°C. Al termine delle 6 ore, prelevare un'aliquota 50 mL dal fondo della beuta e versarla in un imbuto separatore da 100 mL. Procedere al dosaggio degli oli minerali, secondo il metodo ISO 9377-2 (2002).

2.2.2. Test in condizioni di calma

Dagli imbuti separatori messi a riposo in termostato a 20°C prelevare in tempi successivi (1, 2 e 23 ore), per mezzo del rubinetto, tre aliquote di 50 mL ciascuna su cui effettuare la determinazione degli oli minerali come indicato al par. 2.1.

2.3. Calcoli

2.3.1. Efficacia

CALCOLO DELL'EFFICACIA

P = quantità di petrolio espressa in grammi (g)

V = volume del campione (0,5 L)

C = concentrazione iniziale del petrolio (g/L)

p_1 = petrolio disperso espresso in grammi (g) nella prima aliquota (punto 2.1.2 lettera e)

v_1 = volume della prima aliquota da saggio (50 mL)

c_1 = concentrazione (g/L) di petrolio disperso misurato nella prima aliquota (50 mL)

$E\%$ = efficacia dell'azione emulsionante

$$C = \frac{P}{V} \text{ g/L}$$

$$c_1 = \frac{p_1}{v_1} \times 1000 \text{ g/L}$$

$$E\% = \frac{c_1}{C} \times 100$$

2.3.2. Stabilità

CALCOLO DELLA STABILITÀ

Stabilità in condizioni di agitazione:

p_2 = petrolio disperso espresso in grammi (g) nella seconda aliquota, di cui al par. 2.2.1

v_2 = volume della seconda aliquota da saggio (100 mL)

c_2 = concentrazione (g/L) di olio minerale disperso ed emulsionato misurato nella seconda aliquota da saggio (100 mL)

$c_2 = \frac{p_2}{v_2} \times 1000$ g/L

S%= stabilità in condizioni di agitazione ovvero percentuale di petrolio disperso al termine dell'agitazione

$S\% = \frac{c_2}{c_1} \times 100$

(E-S)% = scostamento della stabilità dall'efficacia

Lo scostamento della stabilità dall'efficacia viene determinato con la formula:

(E-S)% = 100 - *S%*

Ovvero, fatto 100 il quantitativo di petrolio disperso, misurato con il test di efficacia, si determina in termini percentuali la quantità di petrolio che è ancora rimasto disperso al termine dell'agitazione del test di stabilità di cui al par. 2.2.1

Stabilità in condizioni di calma:

p_3 = petrolio disperso espresso in grammi (g) in ciascuna delle tre aliquote, di cui al par. 2.2.2

v_3 = volume della aliquota da saggio (50 mL)

c_3 = concentrazione (g/L) di petrolio disperso misurato nell'aliquota da saggio a un'ora (50 mL)

S%= stabilità in condizioni di calma ovvero percentuale di petrolio disperso dopo un' ora.

(E-S)% = scostamento della stabilità dall'efficacia

$c_3 = \frac{p_3}{v_3} \times 1000$ g/L

$S\% = \frac{c_3}{c_1} \times 100$

Lo scostamento della stabilità dall'efficacia viene determinato con la formula:

(E-S)% = 100 - *S%*

Ovvero, fatto 100 il quantitativo di petrolio disperso, misurato con il test di efficacia, si determina in termini percentuali la quantità di petrolio che è ancora rimasto disperso dopo un'ora di riposo.
Per il calcolo della stabilità a 2 ed a 23 ore utilizzare le formule sopra riportate sostituendo il valore del parametro c_3 con le rispettive concentrazioni di petrolio disperso nei due tempi di prelievo indicati.

3. **Test di biodegradabilità**

Effettuare il test di biodegradabilità sui componenti organici del prodotto seguendo la metodica "*closed bottle*" indicata nella linea guida OECD n. 306 (17 luglio 1992), utilizzando acqua di mare naturale caratterizzata come indicato nel metodo stesso.

4. **Valutazione del potenziale di bioaccumulo**

Per ciascuna sostanza presente nel prodotto deve essere fornito il valore di bioconcentrazione (BCF), ottenuto con metodi standardizzati e corredato da specifica documentazione.

In via subordinata, qualora il BCF non fosse disponibile, deve essere fornito il valore del *log* K_{ow} di ciascuna sostanza presente nel prodotto, determinato sperimentalmente, utilizzando metodi standardizzati.

Qualora non sia possibile determinare sia il valore di BCF sia quello del *log* K_{ow} dovrà essere giustificata, sulla base di adeguata documentazione, l'impossibilità tecnica di esecuzione dei test o la non rilevanza del potenziale di bioaccumulo.

5. **Saggi di tossicità**

La tossicità dei prodotti disperdenti deve essere valutata attraverso saggi di tossicità su organismi marini appartenenti a 3 livelli trofici (alghe, crostacei e pesci).

5.1 Preparazione del campione

La soluzione madre del prodotto disperdente deve essere preparata al momento dell'uso, sciogliendo o diluendo in matracci tarati in vetro borosilicato una quantità nota di prodotto (≤1000 mg/L) e portando a volume con acqua di diluizione.

Nella preparazione della soluzione madre, al fine di massimizzare la solubilizzazione e l'omogeneità della soluzione, dovranno essere seguite le indicazioni riportate in: "OECD *Series on Testing and Assessment* No. 23. *Guidance document on aquatic toxicity testing of difficult substances and mixtures*. Documento ENV/JM/MONO(2000)6".

Nei casi in cui nella soluzione siano presenti una o più sostanze con caratteristiche adsorbenti a concentrazioni <1 mg/L, si deve procedere al condizionamento dei contenitori utilizzando le soluzioni alle medesime concentrazioni che verranno impiegate nei test.

5.2 Saggio di tossicità su alghe

Effettuare il saggio di inibizione della crescita algale secondo il metodo UNI EN ISO 10253: 2006.

5.3 Saggio di tossicità su crostacei marini

Effettuare il saggio di tossicità su crostacei marini impiegando almeno una delle specie di cui alla tabella seguente, con il relativo metodo (e successivi aggiornamenti) ed utilizzando il periodo di esposizione specifico indicato.

Specie	Metodo	Periodo di esposizione
Acartia tonsa	UNICHIM pr MU 2365 (2010)	48h
Artemia franciscana	APAT-IRSA-CNR 8060 (2003)	96h
Amphibalanus amphitrite	UNICHIM pr MU 2245 (2010)	48h
Corophium orientale	UNICHIM pr MU 2246 (2010)	96h
Tigriopus fulvus	UNICHIM pr MU 2396 (2010)	96h

Nei saggi di tossicità a 96 ore su crostacei deve essere effettuato un rinnovo delle soluzioni dopo 48 ore avendo cura di sostituire il maggior volume operativamente possibile.

Il rinnovo delle soluzioni dovrà comunque essere effettuato ogni 24 ore nel caso di prodotti rapidamente degradabili o qualora si verifichino condizioni di disomogeneità delle soluzioni test.

Per verificare l'idoneità della popolazione di organismi all'impiego nei saggi con i prodotti disperdenti, la sensibilità specifica deve essere conforme a quanto indicato nei rispettivi metodi, in termini di controllo positivo rispetto ad una sostanza tossica di riferimento.

Il risultato deve essere espresso come EC50 (limiti fiduciali al 95%).

Qualora la EC50 risulti indeterminata perché maggiore di 1000mg/L, è sufficiente indicare la dicitura "EC50 >1000 mg/L".

5.4 Saggio di tossicità su pesci marini

Effettuare i saggi di tossicità su pesci marini impiegando *Dicentrarchus labrax* o *Sparus aurata,* riferendosi alla metodica indicata nella linea guida OECD n. 203 (17 luglio 1992), modificata dalle seguenti specifiche:

- utilizzare come controllo e diluente acqua di mare naturale o sintetica;
- l'acqua di mare naturale deve provenire da aree non soggette a scarichi o sversamenti originati da fonti diffuse di inquinamento e deve essere filtrata con filtri da 10 μm prima dell'uso;
- l'acqua di mare sintetica può avere la composizione di cui alla tabella 1, Allegato 4, oppure essere ricostituita mediante utilizzo delle miscele di sali comunemente reperibili in commercio nel settore acquariologico;
- al momento dell'impiego la salinità sia dell'acqua di mare naturale, sia di quella sintetica deve essere compresa tra 20 e 22 PSU, previo condizionamento degli organismi;
- la taglia degli esemplari da sottoporre al saggio deve essere di 5,0±1,5 cm;
- ogni concentrazione deve essere allestita con almeno 3 repliche, ciascuna delle quali deve comprendere almeno 7 individui;
- il saggio deve svolgersi alla temperatura di 20±1 °C;
- il saggio deve avere un periodo di esposizione di 96h, con il rinnovo delle soluzioni (almeno per il 95%) dopo 48h;

- Il test è considerato valido se la mortalità nel controllo non eccede il 10% alla fine del test e se la concentrazione di ossigeno disciolto risulta ≥ 60% del valore di saturazione in aria per tutta la durata del test.

Il rinnovo delle soluzioni dovrà essere effettuato ogni 24 ore nel caso di prodotti rapidamente degradabili o qualora si verifichino condizioni di disomogeneità delle soluzioni test.

Per verificare l'idoneità della popolazione di pesci all'impiego nei saggi con i prodotti disperdenti, deve essere condotto un saggio di tossicità (organizzato con almeno 5 concentrazioni e almeno 3 repliche ciascuna) con la sostanza di riferimento Sodio Dodecil Solfato (SDS) (CAS NUMBER 4706-78-9), la cui LC50 a 48h deve risultare <10 mg/L.

La soluzione madre di SDS deve essere preparata al momento dell'uso.

Il risultato deve essere espresso come EC50 (limiti fiduciali al 95%). Qualora la EC50 risulti indeterminata perché maggiore di 1000 mg/L, è sufficiente indicare la dicitura "EC50 >1000 mg/L".

6. Criteri di accettabilità delle risultanze dei test ai fini del riconoscimento di idoneità di un prodotto disperdente di origine sintetica o naturale

1. Il punto di infiammabilità, determinato in accordo al metodo UNI EN ISO 2719: 2005, deve essere superiore a 55 °C;

2. La viscosità cinematica, misurata a 20 °C secondo il metodo ASTM D 445, deve essere inferiore o uguale a 400 cSt;

3. Il punto di intorbidimento, determinato secondo le norme IP 219/67, deve essere inferiore o uguale a -10°C;

4. L'efficacia del prodotto, determinata secondo la metodica di cui al presente Allegato, deve essere tale da disperdere almeno il 60% del petrolio;

5. La stabilità della dispersione in condizioni di agitazione deve rimanere pressoché inalterata, mostrando scostamenti percentuali rispetto ai valori di efficacia contenuti entro il 10%; la stabilità della dispersione in condizioni di calma deve rimanere pressoché inalterata entro le 2 ore, con scostamenti accettabili entro il 10%, e può diminuire al massimo del 40% dopo le 23 ore. Qualora il prodotto non soddisfi integralmente i criteri di accettabilità sulla stabilità della dispersione in condizioni di calma, il Ministero dell'Ambiente e della Tutela del Territorio e del Mare valuterà l'eventuale riconoscimento di idoneità con prescrizioni all'impiego ai sensi dell'art. 5, comma 2, del presente Decreto;

6. La tossicità negli organismi marini, determinata secondo le indicazioni di cui al presente Allegato, deve prevedere per tutti gli organismi una EC50 maggiore di 10 mg/L;

7. Tutti i componenti del prodotto devono risultare biodegradabili con un consumo di ossigeno maggiore del 60% del ThOD.;

8. In riferimento al bioaccumulo, il *log* K_{ow} di tutti i componenti organici del prodotto deve essere inferiore o uguale a 3 oppure un BCF misurato minore di 500.

ALLEGATO 6

Informazioni da riportare sull'involucro esterno del prodotto assorbente o disperdente riconosciuto idoneo

1. Le informazioni che i prodotti assorbenti o disperdenti riconosciuti idonei ai sensi del presente Decreto dovranno riportare sull'involucro esterno sono le seguenti:

a) specifiche per la manipolazione del prodotto;

b) indicazioni di sicurezza per gli operatori (equipaggiamento o dispositivi di protezione individuali richiesti);

c) intervallo di temperatura di applicazione e temperatura ottimale;

d) condizioni di conservazione e scadenza;

e) mezzo idoneo per l'applicazione (aereo, imbarcazione, ecc);

f) percentuale della diluizione del prodotto con acqua o uso tal quale;

g) quantità da impiegare per unità di idrocarburi sversati;

h) stabilità.

11A03807