

<b>INDICE</b>	pag
<b>PREMESSA</b>	1
<b>SCOPO</b>	2
<b>INTRODUZIONE</b>	3
<b>1. DIOSSINE E FURANI</b>	4
<u>Aspetti generali PCDD/PCDF</u>	4
<u>Come si formano</u>	4
<u>Caratteristiche Chimico-Fisiche e diffusione ambientale</u>	5
<u>Tossicità</u>	6
<b>2. POLICLOROBIFENILI</b>	8
<u>Aspetti generali Policlorobifenili (PCB)</u>	8
<u>Caratteristiche Chimico-Fisiche e diffusione ambientale</u>	8
<u>Miscele commerciali</u>	9
<u>Tossicità</u>	10
<b>3. RIFERIMENTI NORMATIVI E VALORI LIMITE</b>	12
<b>4. ANALITI RICERCATI: 17 PCDD/F e PCB “TOTALI”</b>	16
<b>5. ANALISI MULTICOMPONENTE A LIVELLI DI ULTRA-TRACCE IN MATICI COMPLESSE</b>	18
<b>6. METODI UFFICIALI</b>	18
<b>7. SCHEMA IDENTIFICATIVO SOSTANZE RICERCATE</b>	19
<b>8. PRINCIPIO DEL METODO (Diluizione Isotopica-HRGC/HRMS)</b>	22
<b>9. PARTE SPERIMENTALE</b>	24
Fasi Analitiche	24
Schema di Analisi in Matrice Solida	24
<b>9.1 Estrazione</b>	26
9.1.1 Descrizione metodo ASE	26
<b>9.2 Purificazione/Separazione</b>	28
9.2.1 Colonna multistrato	29
9.2.2 Filtrazione estratto su filtri 45 µm in PTFE	31
9.2.3 Additivazione con Standard di Clean-up	31
9.2.4 Purificazione su colonne tramite sistema Power Prep	32
9.2.5 Ripartizione Acido-Base e purificazione con Permanganato di Potassio in soluzione acida: tecniche di purificazione a confronto per analisi PCB	35

<b>9.3 Separazione e identificazione gas cromatografica</b>	37
9.3.1 Condizioni gascromatografiche	37
9.3.2 Programmata di temperatura gas cromatografica: PCDD/F e PCB	38
9.3.3 Separazione gas cromatografica PCDD/F e PCB	39
<b>9.4 Determinazione analitica mediante spettrometria di massa ad alta risoluzione: analizzatore di massa elettrostatico/magnetico (strumento ibrido E/B)</b>	41
9.4.1 Taratura dello spettrometro di massa ad alta risoluzione	42
9.4.2 Metodo di acquisizione di massa: costruzione del metodo MID (Monitoring Ion Detection)	44
<b>9.5 Taratura</b>	49
9.5.1 Livelli di calibrazione e Standard di Additivazione PCDD/F	49
9.5.2 Livelli di calibrazione e Standard di Additivazione PCB	50
9.5.3 Schema dipendenze per il calcolo quantitativo PCDD/F in Diluizione Isotopica	52
9.5.4 Schema dipendenze per il calcolo quantitativo PCB e Famiglie per classi di clorurazione (tri-tetra-penta-esa-epta-CB) in Diluizione Isotopica	52
9.5.5 Retta di Taratura	54
<b>9.6 Determinazione Quantitativa e stima del Recupero percentuale</b>	55
9.6.1 Calcolo del Recupero	55
<b>9.7 Limite di Rivelabilità LdR e Limite di Quantificazione LdQ</b>	56
9.7.1 Range di applicabilità	57
<b>9.8 Controllo di Qualità interno</b>	58
9.8.1 Controllo Contaminazione Bianchi	61
<b>9.9 Controllo Qualità Esterno: PROFICIENCY TEST Triennio 2009-2011 PCDD/F e PCB</b>	62
<b>9.10 Calcolo dell'incertezza estesa percentuale per PCDD/F e PCB</b>	71
<b>9.11 Report finale</b>	75
<b>10. RISULTATI PCDD/F TRIENNIO 2009/2011</b>	77
Tipologia di matrice	78
Livelli in Tossicità Equivalente	78
Distribuzione Relativa percentuale e Analisi delle componenti principali (ACP)	82
Criterio selezione dati grezzi e grafico ACP (F1 vs F2)	83
<b>CASI DI STUDIO</b>	86
Acciaieria e Interlaboratorio XCIND	86

Raffinerie: suoli aree di Milazzo (Me), Gela (Cl) e Siracusa	88
ERG Priolo (Sr)	93
Ex-Discarica AC Palermo	94
Rifiuti conferiti nelle discariche siciliane	95
Rifiuti Catania	96
Fanghi di Depurazione Consortile (Me)	98
Sedimenti	99
Suolo Saline (Sr)	100
Suolo Discarica BP Partinico (Pa)	101
Suoli Centrale ENEL Augusta (Sr)	102
Campioni vari	103
<b>CONCLUSIONI PCDD/F</b>	107
<b>11. RISULTATI PCB 2010/2011</b>	109
<b>CASI DI STUDIO</b>	113
Rifiuti	113
Rifiuti solidi	113
Rifiuti conferiti nelle discariche siciliane	114
Fanghi Di Depurazione consortile	116
Rifiuti liquidi	117
Discariche	120
Discariche BL, BP, LV	120
Ex-Discarica AC Palermo	122
Sedimenti	124
Suoli	125
Acque	126
<b>Confronto congeneri PCB trovati e miscele Aroclor</b>	127
<b>CONCLUSIONI PCB</b>	128
<b>OBIETTIVO</b>	130
<b>BIBLIOGRAFIA</b>	131

## **ALLEGATO 1**

### **SOLIDI**

1. DIOSSINE E PCB: Attacco Acido, Estrazione ASE, Purificazione Acido/Base, Purificazione/Separazione Power Prep, analisi HRGC/HRMS
2. DIOSSINE E PCB: Estrazione ASE, Purificazione Acido/Base, Purificazione/separazione Power Prep, analisi HRGC/HRMS
3. DIOSSINE E PCB: Estrazione ASE, Purificazione/Separazione Power Prep, analisi HRGC/HRMS
4. PCB: Attacco Acido, estrazione ASE, Purificazione Acido/Base, analisi HRGC/HRMS
5. PCB: Estrazione ASE, Purificazione Acido/Base, analisi HRGC/HRMS
6. PCB: Estrazione ASE, Purificazione Permanganato/Acido solforico, analisi HRGC/HRMS

### **LIQUIDI**

7. DIOSSINE E PCB nelle acque: Estrazione Liquido-Liquido, Purificazione Power Prep, analisi HRGC/HRMS
8. PCB nelle acque: Estrazione Liquido-Liquido, analisi HRGC/HRMS

**ALLEGATO 2    Tabella A: RISULTATI PCDD/F TRIENNIO 2009/2011**

**ALLEGATO 3    Tabella B: RISULTATI PCB 2010/2011**