

La qualità dell'Olio Usato e metodi analitici di controllo.



L'Olio Usato



Durante l'impiego l'olio lubrificante perde le sue caratteristiche iniziali divenendo inadatto a svolgere funzioni originarie. Al termine della sua «vita tecnica» diviene OLIO USATO

L'OLIO USATO È UN RIFIUTO PERICOLOSO!

Se smaltito in modo non corretto, può essere altamente inquinante.

Nel 1975 il Consiglio delle Comunità Europee adottava la citata direttiva (CEE)75/439 concernente l'eliminazione degli oli usati ponendo una serie di obblighi agli stati membri tra cui GARANTIRE LA RACCOLTA e l'ELIMINAZIONE DEGLI OLI USATI assicurando per quanto possibile il RIUTILIZZO. Vale a dire mediante RIGENERAZIONE e/ o COMBUSTIONE.



IL CONOU

Istituito in Italia dall'art. 4 del DPR 23/08/1982 n. 691/82, recante «Attuazione della Direttiva Europea n° 1975/439/CEE relativa all'eliminazione degli oli usati» con l' **OBIETTIVO di garantire la raccolta e il corretto utilizzo degli oli lubrificanti usati, nonché di informare l'opinione pubblica sui rischi derivanti dalla loro dispersione nell' ambiente.**

Il Conou è il primo Consorzio Ambientale creato in Italia.

Ai sensi dell'art. 4 del DPR 691/82, in seguito confluito nell'art. 11 del d.lgs 27/01/1992 n. 95. e dell'art. 236, c. 2, del D.lgs del 03/04/2006 n.152 «codice dell'Ambiente» che ne integra la disciplina, **il Conou ha personalità giuridica di diritto privato ma non persegue scopo di lucro.**

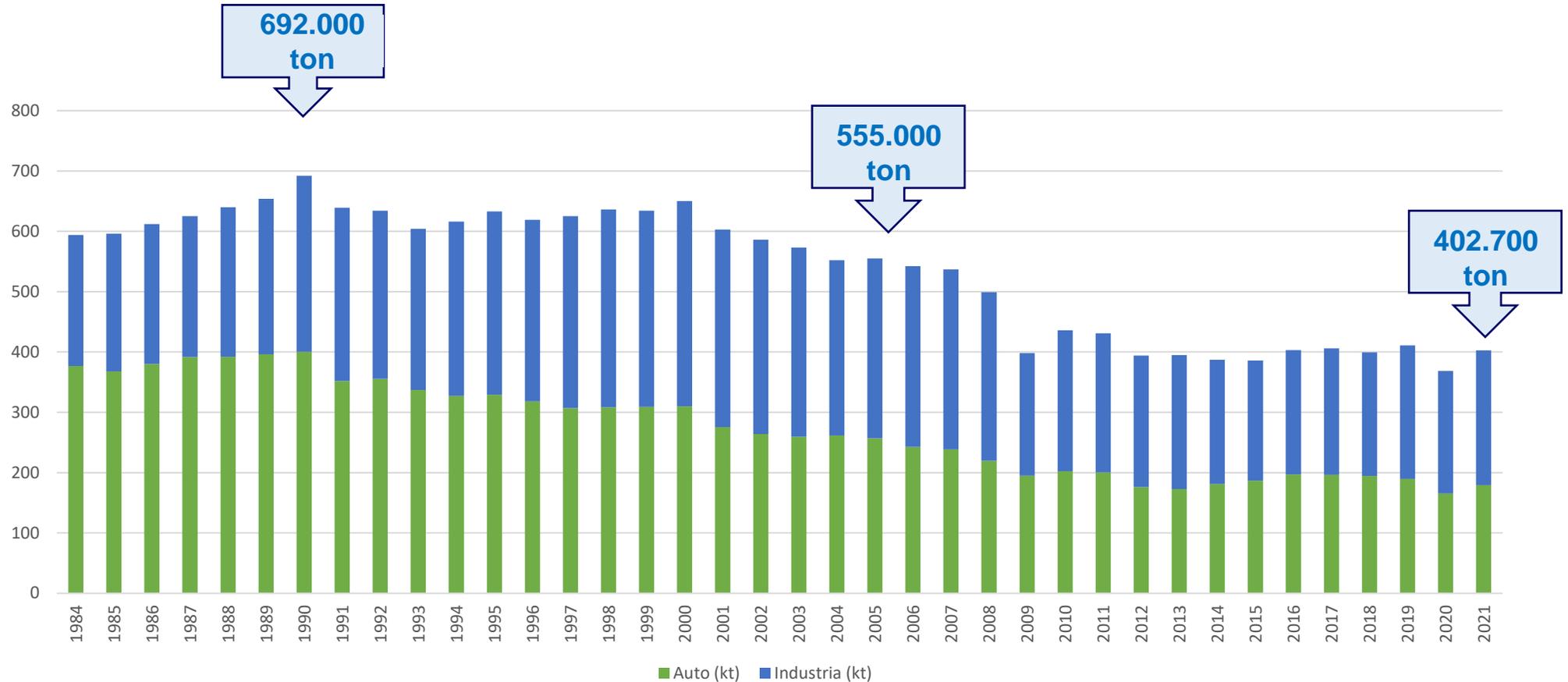
II CONOU: struttura e funzioni

- promuovere la sensibilizzazione dell'opinione pubblica sulle tematiche della raccolta e dell'eliminazione degli oli usati;
- assicurare ed incentivare la raccolta degli oli usati ritirandoli dai detentori e dalle imprese autorizzate;
- espletare direttamente raccolta degli oli usati dai detentori che ne facciano direttamente richiesta, nelle province ove manchi o risulti insufficiente o economicamente difficoltosa;
- selezionare gli oli usati raccolti ai fini della loro corretta eliminazione;
- cedere gli oli usati alle imprese autorizzate alla loro eliminazione;
- operare nel rispetto dei principi di concorrenza, efficacia, efficienza, economicità e garanzia della tutela della salute e dell'ambiente;

Il tutto nel rispetto del principio di gerarchia dei rifiuti ovvero inviando l'olio usato:

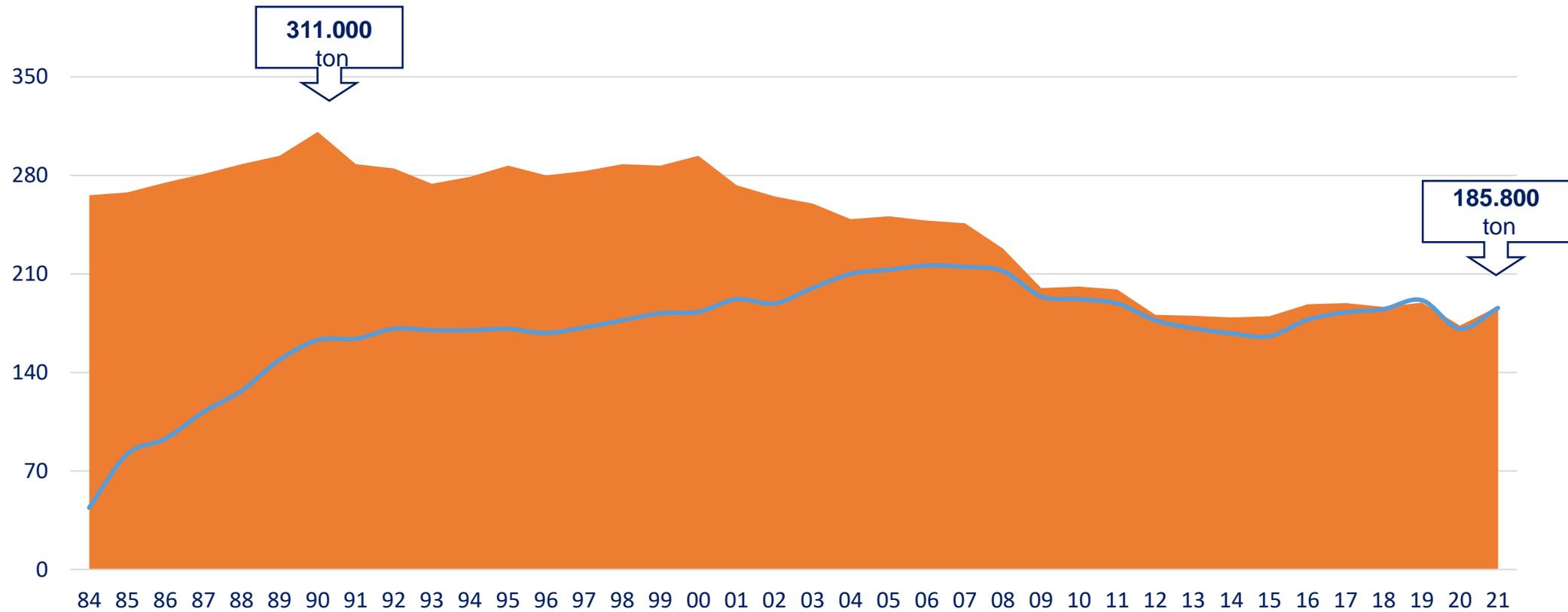
- In via **prioritaria** alla **Rigenerazione**
- In via **sussidiaria** alla **Combustione**
- In via **residuale** alla **Termodistruzione**

Il mercato d'origine: i Lubrificanti



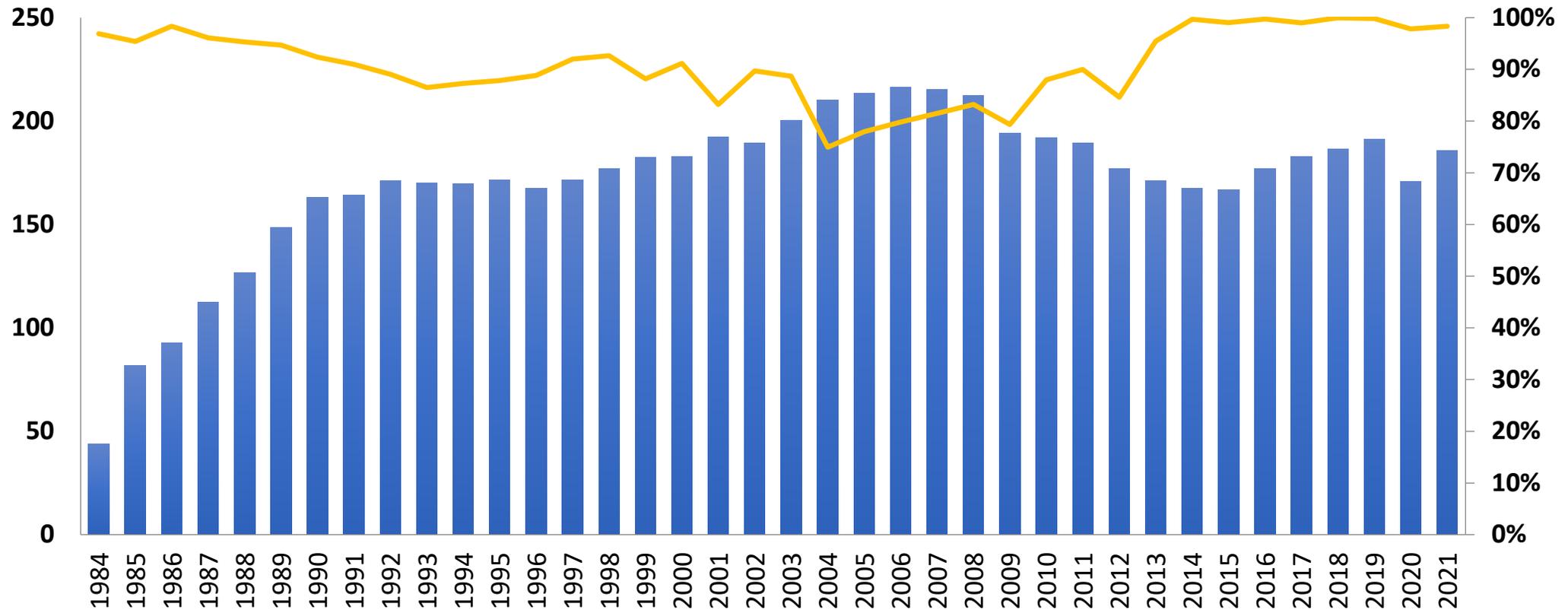
Il mercato dei lubrificanti si è contratto di oltre il 30% negli ultimi 15 anni; si tratta di un fenomeno strutturale, tuttora in corso; il trend degli ultimi anni, tuttavia, si è stabilizzato.

Le sfide del CONOU – 1984-2021

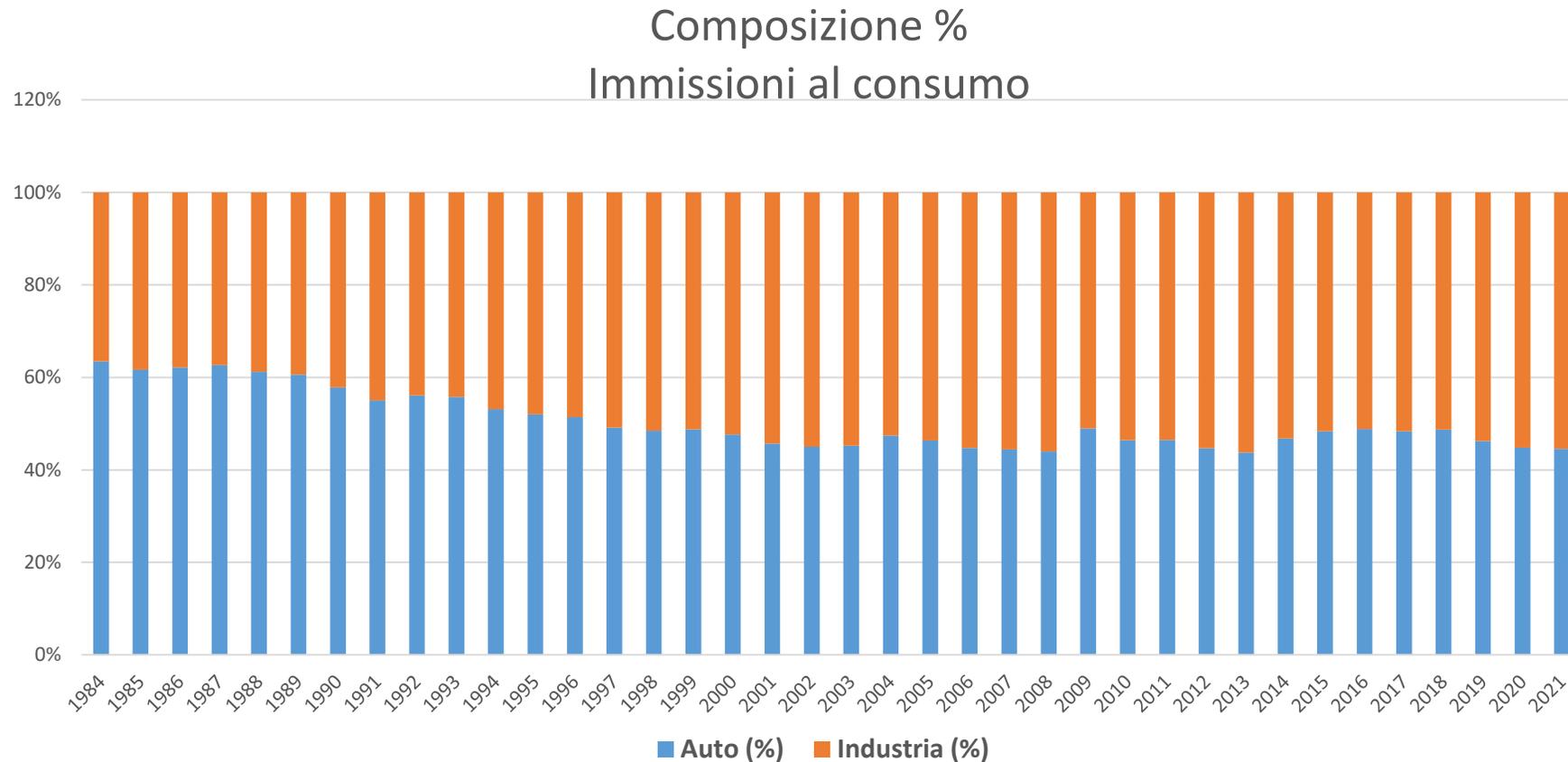


Il mercato declina, dal 1990, ma la raccolta non perde neppure una goccia

La II° Sfida: della QUANTITÀ RIGENERATA siamo in pratica al 100%



Il mercato d'origine: i Lubrificanti



Nel tempo è variata la composizione dell'olio usato e la componente Industria è diventata la quota principale

La Qualità dell'olio usato: le analisi

- ▶ Le analisi vengono effettuate su ogni autobotte in arrivo nei **3 DEPOSITI DI SELEZIONE**: Pieve Fissiraga (LO), Ceccano (FR) e Casalnuovo (NA)
- ▶ Si eseguono i **PARAMETRI ANALITICI** dettati dalle Norme tecniche di settore (DM 392/96) e altri parametri considerati **CRITICI PER GLI IMPIANTI**
- ▶ I principali parametri del **SET DI ANALISI** effettuato su **OGNI ATB**



Acqua	Sedimenti	Viscosità	Cloro	PCB
Diluenti	Metalli (Cd + Cr + Ni + V)	N° Neutralizzazione	N° Saponificazione	Silicio

- ▶ Nel 2021 sono stati effettuati oltre **8.000 SET DI ANALISI**
- ▶ Oltre **90%** ha riguardato l'olio usato **IN CONFERIMENTO**



La Qualità dell'olio Usato

Volendo rigenerare tutto l'olio raccolto la qualità del rifiuto diventa prioritaria

Negli ultimi anni la qualità dell'olio usato in conferimento è cambiata notevolmente sia perché è cambiato il mercato sia perché è «facile» smaltire rifiuti liquidi pericolosi nell'olio usato.

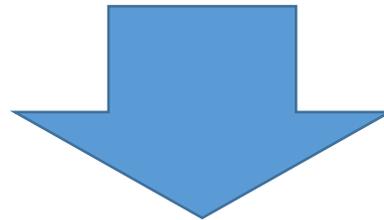
Classico è l'esempio del ritrovamento di sostanze estranee quali PCB , Solventi, Silicio e non ultimi Esteri in quantità anomale.

La Qualità dell'olio Usato - Silicio

Il Silicio è normalmente presente nei lubrificanti in quantità modeste, non è un elemento pericoloso o dannoso per la salute ma danneggia il processo di raffinazione (hydrofinishing)

Proviene principalmente dalla scrematura delle emulsioni di lubro-refrigeranti utilizzate nell'industria della lavorazione dei metalli.

Questo ed altri processi produttivi hanno prodotto un aumento sensibile del Silicio nell'olio usato, toccando valori di 5.000 ppm e superiori e riducendo gli intervalli di sostituzione del catalizzatore.



Necessaria una verifica del metodo utilizzato NOM con il metodo ASTM D5185 - Determinazione multielemento mediante spettrometria a emissione atomica (ICP-AES), il quale misura valori di Silicio fino a 50 ppm.

A tale scopo è stato da CONOU e CESMA (Centro di Servizi Metrologici e Tecnologici Avanzati), redatto un protocollo tecnico di analisi che ha previsto un circuito inter-laboratorio coinvolgendo 9 laboratori esperti nella determinazione di tale metodica

Sono stati misurati il contenuto di silicio e di romo analizzando 239 campioni di carichi in ingresso nei nostri depositi, in triplicato per un totale di oltre 12.900 determinazioni analitiche

I valori ottenuti sono stati sottoposti ad elaborazioni statistiche al fine di avere un valore numerico stabile rispetto a «perturbazioni numeriche» ed ottenere i nuovi valori di Ripetibilità e Riproducibilità.

La Qualità dell'olio Usato - Saponificazione

Negli ultimi tempi abbiamo registrato un incremento del N. di Saponificazione nell'olio in conferimento e ciò ha indirizzato il CONOU verso la ricerca di Esteri provenienti da bio-lubrificanti e lubrorefrigeranti a base estere.

La varietà di esteri presenti sul mercato ed il loro diverso numero di saponificazione rendono l'attuale metodo di determinazione poco idoneo a determinare la reale percentuale di questo inquinante nell'olio usato.

Stiamo quindi mettendo a punto un nuovo metodo analitico in grado di individuare la percentuale di Esteri presente a prescindere dal suo numero di saponificazione

La Qualità dell'olio Usato - Saponificazione

Il metodo utilizza la determinazione di uno spettro FT-IR caratteristico degli esteri, dove è presente il gruppo carbonilico che emette un segnale nel range intorno a 1750 cm⁻¹

Le analisi quali/quantitative di diversi campioni sia di esteri puri che di olio usato, sono state fatte utilizzando una cella in CaF₂ con un spacer di 0.05 mm, integrando i segnali nel range 1820-1650.

A tale scopo si è proceduto alla determinazione del numero di saponificazione di olio vegetale e di olio sintetico (CONDAT D46) e i risultati sono stati poi utilizzati per la preparazione di miscele a titolo noto, con una base lubrificante SN 150.

L'attività non è ancora stata conclusa ma primi risultati sono positivi. Stiamo lavorando per rendere più consistente la base dati

Per quanto attiene invece al metodo del Cloro le problematiche riscontrate sono le seguenti:

- Utilizzo di sostanza esplosiva (sodio metallico)
- Impossibilità ad ottenere una soluzione post attacco limpida per la successiva determinazione potenziometrica
- Riproducibilità della prova molto alta (400 mg/kg)
- Tempi di esecuzione per attacco con sodio metallico molto lunghi

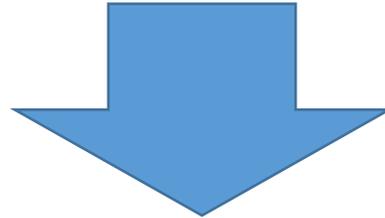
Il metodo ASTM D 7751 utilizza una lettura diretta non distruttiva con tecnica spettrometrica EDXRF; non viene interferita da eventuali sostanze contaminanti quali ad esempio altri metalli presenti nell'olio e/o da impurità organiche estranee alla normale composizione dell'olio usato.

il metodo ASTM D 7751, a differenza del metodo NOM 161, risulta avere una buona riproducibilità

La Qualità dell'olio Usato

Allo stato attuale il CONOU ha già provveduto a sostituire 2 metodiche analitiche relative a Metalli e Cloro, con metodiche standard ASTM come appresso riportato:

Determinazione	Metodo NOM	Metodo sostitutivo
Metalli	IRSA Q64	ASTM D 5185 mod.
Cloro	NOM 161	ASTM D 7751



Necessaria revisione ed aggiornamento dei restanti metodi

Revisione metodi NOM - Obiettivi

Definizione di un protocollo condiviso con UNICHIM per la revisione dei metodi NOM riportati utilizzati dalla filiera consortile al fine di:

- Utilizzare tecniche analitiche sensibili, precise e riproducibili nonché idonee all'attuale qualità degli oli usati raccolti che negli anni è molto cambiata. A titolo di esempio si riporta il caso dei Metalli (in particolare del Silicio) e del Cloro.
- Utilizzare strumentazione moderna per ovviare alla mancanza di ricambi per metodi che richiedono strumentazione ormai obsoleta, con impatto sensibile sulla taratura degli strumenti stessi.
- Definire i dati di precisione (r,R) mancanti per alcuni metodi (quali il NOM 169 - P.to infiammabilità) e aggiornare quelli in uso.
- Velocizzare l'esecuzione dei metodi di prova riducendo i tempi di analisi per ottemperare alle esigenze operative della filiera consortile.

Quali ?

NOM 39: Determinazione della Diluizione degli oli usati

NOM 47: Conversione della viscosità cinematica di oli minerali usati.

NOM 167: Determinazione dell'acqua in oli minerali usati

NOM 168: Determinazione delle ceneri in oli minerali usati

NOM 169: Determinazione del punto di infiammabilità metodo in vaso aperto.

NOM 163: Determinazione del numero di Saponificazione degli oli usati:

NOM 164: Campionamento degli oli minerali usati:

NOM 165: Omogeneizzazione campione per le successive analisi di caratterizzazione di olio minerale usato:

NOM 171: Determinazione tracce di sedimenti in olio usato minerale

NOM 166: Determinazione di densità di oli minerali usati con il metodo del densimetro:

NOM 170: Determinazione dello zolfo in oli minerali usati:

NOM 171: Determinazione tracce di sedimenti in olio usato minerale

NOM 172: Determinazione della viscosità minerale in oli minerali usati

NOM 173: Determinazione dell'acidità totale e minerale in olio usato

Grazie per l'attenzione