



**CONSIGLIO  
OLEICOLO  
INTERNAZIONALE**

COI/T.20/Doc. n. 42-2/Rev. 1  
settembre 2007

ITALIANO  
Originale: ITALIANO

Diff.: LIMITATA

Príncipe de Vergara, 154 – 28002 Madrid – España Telef.: +34 915 903 638 Fax: +34 915 631 263 - e-mail: iooc@internationaloliveoil.org - <http://www.internationaloliveoil.org/>

**MARGINI DI PRECISIONE DEI METODI DI ANALISI  
ADOTTATI DAL  
CONSIGLIO OLEICOLO INTERNAZIONALE**

Come deciso dal Consiglio oleicolo internazionale nella sua 93<sup>a</sup> sessione (novembre 2005), il segretariato esecutivo ha convocato un gruppo di lavoro allo scopo di rivedere i margini di precisione dei metodi di analisi chimico-fisici, stabiliti ed adottati dal Consiglio oleicolo internazionale ed introdotti nella Norma commerciale applicabile all'olio d'oliva e all'olio di sansa di oliva.

Detto gruppo di lavoro, riunitosi presso la sede del COI in data 14 novembre 2006, ha predisposto il presente documento che è stato sottoposto all'esame dei chimici nel 2007.

Nel documento sono riportati:

a) i margini di precisione relativi ai seguenti metodi con riferimento COI/T.20:

- COI/T.20/Doc. n. 11 «Determinazione degli stigmastadieni negli oli vegetali»;
- COI/T.20/Doc. n. 17 «Determinazione degli acidi grassi isomeri trans mediante analisi gascromatografica con colonna capillare»;
- COI/T.20/Doc. n. 10 «Determinazione della composizione e del contenuto di steroli per gascromatografia con colonna capillare» ;

calcolati a partire dalla prova collegiale del 1998 proposta a 19 laboratori di otto paesi riconosciuti dal COI e riportati sul documento T.20/Doc. N. 42-2 del 9 marzo 2000.

b) i margini di precisione del metodo COI/T.20/Doc. n. 24 «Preparazione degli esteri metilici degli acidi grassi»;

c) i margini di precisione relativi ai seguenti metodi:

- COI/T.20/Doc. n. 20 «Determinazione della differenza tra il contenuto reale e il contenuto teorico di trigliceridi ECN 42» ;
- COI/T.20/Doc. n. 16 «Determinazione degli stereni negli oli vegetali raffinati»;

- COI/T.20/Doc. n. 10 «Determinazione della composizione e del contenuto di steroli per gascromatografia con colonna capillare (relativamente al solo parametro brassicasterolo)»;
- Determinazione dell'acidità libera;
- Determinazione del contenuto di eritrodiolo + uvaolo;
- Determinazione dell'indice di perossido;
- COI/T.20/Doc. n. 24 «Preparazione degli esteri metilici degli acidi grassi (relativamente ai soli parametri acido eptadecanoico ed acido eptadecenoico);
- COI/T.20/Doc. n.18 « Determinazione del contenuto di cere mediante gascromatografia con colonna capillare » ;
- COI/T.20/Doc. n. 19 « Analisi spettrofotometrica nell'ultravioletto».
- COI/T.20/Doc. n. 23 «Determinazione della percentuale di acido palmitico in posizione 2 dei trigliceridi mediante dosaggio del 2 gliceril monopalmitato» (dati 2007) ;
- COI/T.20/Doc. n. 26 «Determinazione del contenuto di alcoli alifatici mediante analisi gascromatografica con colonna capillare» ;

calcolati a partire dai dati 2000 - 2006 forniti per il riconoscimento COI dai laboratori di tredici paesi. L'analisi statistica dei risultati è stata condotta secondo le regole definite dalla norma ISO 5725 "Accuratezza (veridicità e precisione) dei metodi e dei risultati delle misurazioni" e con l'ausilio del manuale statistico AOAC (W.J. Youden, E.H. Steiner), L'esame di valori aberranti è stata condotta applicando i test di Ranking, di Dixon, di Cochran e di Grubbs sui risultati dei laboratori per tutti i campioni (a e b in duplicato).

Le tabelle seguenti, relative ad ogni parametro studiato, riportano i seguenti dati:

<b>n</b>	Numero dei laboratori che hanno partecipato alla prova
<b>outliers</b>	Numero dei laboratori che presentano risultati aberranti
<b>mean</b>	Media dei risultati accettati
<b>r</b>	Ripetibilità
<b>S<sub>r</sub></b>	Deviazione standard della ripetibilità
<b>RSD<sub>r</sub>(%)</b>	Coefficiente di variazione della ripetibilità ( $S_r \times 100 / \text{mean}$ )
<b>R</b>	Riproducibilità
<b>S<sub>R</sub></b>	Deviazione standard della riproducibilità
<b>RSD<sub>R</sub>(%)</b>	Coefficiente di variazione della riproducibilità ( $S_R \times 100 / \text{mean}$ )

**Tabella 1. Cere (mg/kg)**

	<b>A</b>	<b>B</b>	<b>C</b>	<b>D</b>	<b>E</b>	<b>F</b>	<b>G</b>	<b>H</b>
<b>n</b>	44	48	48	48	49	49	49	53
<b>outliers</b>	2	7	1	4	1	2	6	8
<b>mean</b>	2607.7	87.9	1564.1	167.8	660.4	738.1	63.88	825.8
<b>r</b>	100.6	9.4	80.4	12.0	24.9	24.5	6.7	20.4
<b>S<sub>r</sub></b>	35.9204	3.3663	28.7059	4.2734	8.9020	8.7594	2.3812	7,2883
<b>RSD<sub>r</sub>(%)</b>	1.4	3.8	1.8	2.6	1.4	1.2	3.7	0.9
<b>R</b>	679.4	34.3	311.96	49.9	164.8	163.6	25.6	122.7
<b>S<sub>R</sub></b>	242.6280	12.2568	111.41	17.8225	58.8404	58.4183	9.1457	43.8244
<b>RSD<sub>R</sub>(%)</b>	9.3	13.9	7.1	10.6	8.9	7.9	14.3	5.3

**Tabella 2.  $\Delta$ ECN<sub>42</sub>**

	<b>A</b>	<b>B</b>	<b>C</b>	<b>D</b>	<b>E</b>
<b>n</b>	29	29	29	29	29
<b>outliers</b>	1	3	7	1	3
<b>mean</b>	0,05	0,70	0,18	0,26	0,49
<b>r</b>	0,02	0,03	0,02	0,04	0,04
<b>S<sub>r</sub></b>	0,0074	0,0122	0,0084	0,0136	0,0147
<b>RSD<sub>r</sub>(%)</b>	14,6	1,7	4,6	5,3	3,0
<b>R</b>	0,08	0,35	0,14	0,15	0,13
<b>S<sub>R</sub></b>	0,0269	0,1236	0,0515	0,0530	0,0459
<b>RSD<sub>R</sub>(%)</b>	52,8	17,7	28,2	20,5	9,3

**Tabella 3. Stigmastadieni (mg/kg)**

	<b>A</b>	<b>B</b>	<b>C</b>	<b>D</b>	<b>E</b>
<b>n</b>	19	19	19	19	19
<b>outliers</b>	3	5	7	2	5
<b>mean</b>	0.01	0.8	9.5	0.22	7.6
<b>r</b>	0.01	0.1	0.4	0.05	0.5
<b>S<sub>r</sub></b>	0.004	0.03	0.14	0.01	0.17
<b>RSD<sub>R</sub>(%)</b>	32.4 <sub>(not sig.)</sub>	3.7	1.5	8.4	2.3
<b>R</b>	0.03	0.2	2	0.1	2
<b>S<sub>R</sub></b>	0.012	0.05	0.59	0.025	0.57
<b>RSD<sub>R</sub>(%)</b>	98.6 <sub>(not sig.)</sub>	6.7	6.3	11.5	7.6

**Tabella 4. Stereni (mg/kg)**

	<b>A</b>	<b>B</b>	<b>C</b>	<b>D</b>	<b>E</b>
<b>n</b>	31	31	31	31	31
<b>outliers</b>	4	4	5	4	4
<b>mean</b>	9,5	31	46	9,0	11,4
<b>r</b>	0,2	1	1	0,3	0,5
<b>S<sub>r</sub></b>	0,0730	0,3276	0,3924	0,0984	0,1778
<b>RSD<sub>R</sub>(%)</b>	0,8	1,0	0,9	1,1	1,6
<b>R</b>	2	5	12	1	1
<b>S<sub>R</sub></b>	0,5802	1,6758	4,1960	0,5293	0,4974
<b>RSD<sub>R</sub>(%)</b>	6,1	5,3	9,1	5,9	4,4

**Tabella 5. C18:1T (%)**

	<b>A</b>	<b>B</b>	<b>C</b>	<b>D</b>	<b>E</b>
<b>n</b>	17	17	17	17	17
<b>outliers</b>	5	2	4	0	0
<b>mean</b>	0,01	0,02	0,02	0,02	0,05
<b>r</b>	0,01	0,01	0,01	0,01	0,02
<b>S<sub>r</sub></b>	0,003	0,003	0,004	0,004	0,007
<b>RSD<sub>R</sub>(%)</b>	22,6	20,2	32,1	22,0	14,1
<b>R</b>	0,01	0,02	0,02	0,02	0,03
<b>S<sub>R</sub></b>	0,004	0,008	0,008	0,008	0,011
<b>RSD<sub>R</sub>(%)</b>	31,0	46,6	32,1	50,0	21,7

**Tabella 6. C18:2T + C18:3T(%)**

	<b>A</b>	<b>B</b>	<b>C</b>	<b>D</b>	<b>E</b>
<b>n</b>	16	17	16	17	17
<b>outliers</b>	5	2	2	4	0
<b>mean</b>	0,01	0,03	0,01	0,04	0,30
<b>r</b>	0,01	0,01	0,01	0,01	0,04
<b>S<sub>r</sub></b>	0,004	0,004	0,003	0,004	0,015
<b>RSD<sub>R</sub>(%)</b>	34,9	13,4	19,0	9,9	5,1
<b>R</b>	0,02	0,02	0,02	0,02	0,1
<b>S<sub>R</sub></b>	0,006	0,007	0,006	0,008	0,047
<b>RSD<sub>R</sub>(%)</b>	47,7	25,6	42,8	22,4	15,4

**Tabella 7. Steroli totali (mg/kg)**

	<b>A</b>	<b>B</b>	<b>C</b>	<b>D</b>	<b>E</b>
<b>n</b>	19	19	19	19	19
<b>outliers</b>	5	3	4	5	3
<b>mean</b>	1547	1720	1618	1498	1578
<b>r</b>	86	75	57	52	61
<b>S<sub>r</sub></b>	<b>30.57</b>	<b>26.81</b>	<b>20.35</b>	<b>18.68</b>	<b>21.72</b>
<b>RSD<sub>R</sub>(%)</b>	2,0	1,6	1,3	1,3	1,4
<b>R</b>	<b>95</b>	<b>182</b>	<b>157</b>	164	155
<b>S<sub>R</sub></b>	34,09	64,94	56,02	58,66	55,38
<b>RSD<sub>R</sub>(%)</b>	2,2	3,8	3,5	3,9	3,5

**Composizione percentuale della frazione sterolica**

**Tabella 8. Colesterolo (%)**

	<b>A</b>	<b>B</b>	<b>C</b>	<b>D</b>	<b>E</b>
<b>n</b>	17	17	17	17	17
<b>outliers</b>	2	2	4	5	3
<b>mean</b>	0,2	0,2	0,16	0,1	0,16
<b>r</b>	0,1	0,1	0,04	0,06	0,04
<b>S<sub>r</sub></b>	0,03	0,03	0,01	0,02	0,01
<b>RSD<sub>R</sub>(%)</b>	19,4	17,4	11,1	17,6	10,5
<b>R</b>	0,2	0,2	0,1	0,1	0,2
<b>S<sub>R</sub></b>	0,07	0,08	0,05	0,04	0,05
<b>RSD<sub>R</sub>(%)</b>	43,4	42,9	31,8	35,3	34,2

**Tabella 9. Brassicasterolo(%)**

	<b>A</b>	<b>B</b>	<b>C</b>	<b>D</b>	<b>E</b>
<b>n</b>	35	35	35	35	35
<b>outliers</b>	3	2	2	6	6
<b>mean</b>	1,76	4,6	0,07	0,07	0,02
<b>r</b>	0,04	0,1	0,02	0,02	0,01
<b>S<sub>r</sub></b>	0,0135	0,0376	0,0064	0,0068	0,0032
<b>RSD<sub>R</sub>(%)</b>	0,8	0,8	9,8	9,9	19,0
<b>R</b>	0,1	0,3	0,1	0,1	0,1
<b>S<sub>R</sub></b>	0,0442	0,1122	0,0377	0,0427	0,0208
<b>RSD<sub>R</sub>(%)</b>	2,5	2,5	57,4	62,1	123,1

**Tabella 10. Campesterolo (%)**

	<b>A</b>	<b>B</b>	<b>C</b>	<b>D</b>	<b>E</b>
<b>n</b>	15	15	15	15	15
<b>outliers</b>	0	0	0	0	0
<b>mean</b>	4,1	5,0	4,0	4,0	4,3
<b>r</b>	0,1	0,2	0,2	0,2	0,1
<b>S<sub>r</sub></b>	0,05	0,07	0,07	0,05	0,04
<b>RSD<sub>R</sub>(%)</b>	1,3	1,5	1,8	1,4	1,0
<b>R</b>	0,3	0,3	0,3	0,2	0,3
<b>S<sub>R</sub></b>	0,09	0,12	0,09	0,07	0,10
<b>RSD<sub>R</sub>(%)</b>	2,3	2,5	2,5	1,8	2,4

**Tabella 11. Stigmasterolo (%)**

	<b>A</b>	<b>B</b>	<b>C</b>	<b>D</b>	<b>E</b>
<b>n</b>	15	15	15	15	15
<b>outliers</b>	1	0	0	1	0
<b>mean</b>	1,0	2,3	1,1	1,4	2,4
<b>r</b>	0,1	0,1	0,1	0,1	0,2
<b>S<sub>r</sub></b>	0,02	0,04	0,03	0,03	0,05
<b>RSD<sub>R</sub>(%)</b>	1,9	1,9	30,6	2,2	2,3
<b>R</b>	0,1	0,2	0,1	0,1	0,2
<b>S<sub>R</sub></b>	0,04	0,07	0,04	0,04	0,07
<b>RSD<sub>R</sub>(%)</b>	3,9	3,1	4,6	2,9	3,1

**Tabella 12. Δ-7-Stigmastenolo (%)**

	<b>A</b>	<b>B</b>	<b>C</b>	<b>D</b>	<b>E</b>
<b>n</b>	15	15	15	15	15
<b>outliers</b>	0	0	0	1	0
<b>mean</b>	0,1	2,3	0,2	0,5	0,6
<b>r</b>	0,1	0,2	0,1	0,1	0,1
<b>S<sub>r</sub></b>	0,03	0,06	0,02	0,03	0,03
<b>RSD<sub>R</sub>(%)</b>	24,7	2,7	15,3	6,4	5,3
<b>R</b>	0,1	0,3	0,1	0,1	0,1
<b>S<sub>R</sub></b>	0,04	0,09	0,04	0,04	0,04
<b>RSD<sub>R</sub>(%)</b>	30,7	4,3	22,6	7,9	8,5