RESOLUTION OIV-OENO 645-2020

METHODE ZUR BESTIMMUNG DER MITTLEREN MOLAREN MASSE VON KALIUMPOLYASPARTAT

HINWEIS: Durch die vorliegende Resolution wird folgende Resolution geändert: OIV-OENO 572-2017

DIE GENERALVERSAMMLUNG,

GESTÜTZT auf Artikel 2 Absatz 2 b) ii des Übereinkommens vom 3. April 2001 zur Gründung der internationalen Organisation für Rebe und Wein,

GESTÜTZT auf die Arbeiten der Sachverständigengruppe „Spezifikationen önologischer Erzeugnisse“,

GESTÜTZT auf die bereits verabschiedete Resolution OIV-OENO 543-2016 „Behandlung mit Kaliumpolyaspartat,

GESTÜTZT auf die bereits verabschiedete Resolution OIV-OENO 572-2017 „Monographie von Kaliumpolyaspartat“,

BESCHLIESST, die Monographie OIV-OENO 572-2017 des Internationalen Önologischen Kodex durch folgenden Anhang zur ergänzen:

METHODE ZUR BESTIMMUNG DER MITTLEREN MOLAREN MASSE VON KALIUMPOLYASPARTAT

1. Einleitung

Die Wirksamkeit von Kaliumpolyaspartat bei der Weinsteinstabilisierung hängt von seiner mittleren molaren Masse ab, weshalb ein Verfahren zu ihrer Bestimmung erforderlich ist.

2. Geltungsbereich

Zu bestimmender Parameter: mittlere molare Masse angegeben in g/mol

Beglaubigte Ausführung Paris-videokonferenz, 26 November 2020
Der Generaldirektor der OIV
Sekretär der Generalversammlung
Pau ROCA

© OIV 2020

3. Abkürzung

GPC/SEC: Gelpermeationschromatographie

4. Prinzip

Die Bestimmung der mittleren molaren Masse erfolgt mittels Gelpermeationschromatographie (GPC/SEC), bei der durch Molekülauschlusschromatographie Moleküle aufgrund ihrer Größe getrennt werden.

5. Reagenzien und Chemikalien

5.1. Bidestilliertes Wasser mit einem spezifischen von Widerstand von >ΩD M.cm bei 25 °C

5.2. Wasserfreies Natriumsulfat (Na_2SO_4), $\geq$ 99 % (CAS-Nr. 7757-82-6)

5.3. Wasserfreies, einbasiges Kaliumphosphat (KH_2PO_4), $\geq$ 99 % (CAS-Nr. 7787-77-0)

5.4. Natriumazid, Reinheit $\geq$ 99 % (CAS-Nr. 26628-22-8). Bei der Verwendung von Natriumazid sind Maßnahmen zur Vermeidung von Risiken hinsichtlich seiner toxischen Wirkung und Instabilität (explosive Verbindung) zu treffen.

5.5. Natriumsalze der Polyakrylsäure mit molaren Massen von 1000 bis 1250 g/mol (CAS-Nr. 9003-04-7)

5.6. L-Asparaginsäure, $\geq$ 98 % (CAS-Nr. 56-84-8)

5.7. Kaliumpolyaspartat, Reinheit $\geq$ 98 % (CAS-Nr. 64723-18-8)

6. Geräte

© OIV 2020

6.1. Filtervorrichtung, Porengröße 0,22 μm

6.2. GPC-Säule für molare Massen von 500 – 10000 g/mol

6.3. UV-Detektor

7. Vorbereitung der Probe

Etwa 15 mL 0,1 %ige Kaliumpolyaspartat-Lösung (5.7) in der mobilen Phase (8.1) herstellen und durch ein Filter mit 0,22 μm Porengröße (6.1) filtrieren. Da die Polyaspartat-Lösung im Puffer nach 3 Stunden instabil ist, sind vor jeder Einspritzung frische Lösungen herzustellen.

7.1. Kalibrierung

Es werden 0,1%ige Lösungen eines jeden Standards (5.5 und 5.6) in der mobilen Phase (8.1) hergestellt.

Die verwendeten Standards werden in absteigender Reihenfolge der Molekulargewichte eingespritzt.

Die Kalibrierkurve wird erstellt, indem die Retentionszeit (Variable X) in Abhängigkeit vom Logarithmus der mittleren molaren Masse der Standards (5.5) (Variable y) (r2 ≥ 0,99) graphisch dargestellt wird.

8. Durchführung

8.1. Herstellung der mobilen Phase

Die mobile Phase ist eine Pufferlösung aus Na_2SO_4 0,1 M (14,2 g/L) (5.2), KH_2PO_4 0,01 M (1,36 g/L) (5.3) und 20 mg/L filtriertem Natriumazid (5.4) (Porengröße 0,22 μm) in bidestilliertem Wasser (5.1). Die Lösung ist innerhalb von vier Tagen nach der Herstellung zu verwenden.

8.2. Chromatographische Bedingungen

- Flussrate: 0,7 mL/min
- Säule: Ultrahydrogel Linear TM oder ähnliches
- Säulentemperatur: 50 °C

© OIV 2020

- Laufzeit: 40 min
- Einspritzvolumen: 200 μL
- UV-Detektor: Wellenlänge 220 nm

9. Berechnungen

Das chromatographische Profil des Durchlaufs der Probe wird im Vergleich zu den Standards (5.5) erfasst. Anhand der Retentionszeiten der Probe und der Kalibrierkurve wird die molare Masse von Polyaspartat berechnet, die in g/mol angegeben wird.

© OIV 2020

Beglaubigte Ausführung Paris-videokonferenz, 26 November 2020
Der Generaldirektor der OIV
Sekretär der Generalversammlung
Pau ROCA