RESOLUTION OIV-OENO 623-2018

BESTIMMUNG DES VON KORKVERSCHLÜSSEN FREIGESETZTEN 2,4,6-TRICHLORANISOLS IN WEIN-AKTUALISIERUNG DER METHODE OIV-MA-AS315-16

HINWEIS: Durch die vorliegende Resolution wird folgende Resolution geändert:
- OIV/OENO 296/2009

DIE GENERALVERSAMMLUG,

GESTÜTZT auf Artikel 2 Absatz 2 iv des Übereinkommens vom 3. April 2001 zur Gründung der Internationalen Organisation für Rebe und Wein, auf Vorschlag der Unterkommission „Analysemethoden“,

IN ERWÄGUNG, dass die Genauigkeit und Zuverlässigkeit der Methode durch die vorgeschlagenen Änderungen verbessert werden kann,

IN ERWÄGUNG, dass der interne Standard der/den zu analysierenden Verbindung(en) chemisch ähnlich sein sollte, aber nicht erwartet wird, dass sie in der Probe natürlich enthalten ist/sind,

IN ERWÄGUNG, dass der interne Standard nach Möglichkeit ähnliche funktionelle Gruppen, einen ähnlichen Siedepunkt und eine ähnliche Aktivität wie die Zielverbindungen aufweisen sollte,

IN ERWÄGUNG, dass die in der Resolution angegebene Salzmenge oft deutlich vom Massenverhältnis abweicht, das durch das Bestimmungsverfahren anhand der Festphasenmikroextraktion bestimmt wird: „Werden zu der Probe vor der Extraktion 25-30 % (w/v) Natriumchlorid gegeben, kann die Ionenstärke der Lösung erhöht und dadurch die Löslichkeit einiger Analyten verringert werden”.

BESCHLIESST, die Methode OIV-MA-AS315-16 (OIV-OENO 296-2009) in Anhang A der Sammlung internationaler Analysemethoden für Wein und Most durch folgende Änderungen zu aktualisieren:

BESTIMMUNG DES VON KORKVERSCHLÜSSEN FREIGESETZTEN 2,4,6-TRICHLORANISOLS IN WEIN

Ziffer 3.3 wird durch den folgenden Text ersetzt:

Beglaubigte Ausführung Punta del Este, 23. November 2018
Der Generaldirektor der OIV
Sekretär der Generalversammlung
Jean-Marie AURAND

© OIV 2018

Interner Standard für die GC/MS-Analyse: 2,4,6-Trichloranisol (TCA)-d5, Reinheit ≥ 98 % oder 2,3,6-Trichloranisol, Reinheit ≥ 99 %

Interner Standard für die GC/ECD-Analyse: 2,6-Dibromanisol, Reinheit ≥ 99 % oder 2,3,6-Trichloranisol, Reinheit ≥ 99 %

Ziffer 6.1, Anfang zweiter Absatz: Der zweite Absatz wird wie folgt geändert (der zu streichende Text ist durchgestrichen gekennzeichnet, der kursiv geschriebene Text wird ergänzt):

Um den Wirkungsgrad der Extraktion und damit die Empfindlichkeit der Methode zu erhöhen, kann Natriumchlorid (3.2) zugegeben werden. Die Menge an Natriumchlorid kann vom Anwender in Abhängigkeit von der gewünschten Empfindlichkeit und möglichen Matrixeffekten angepasst bzw. optimiert werden. So können beispielsweise etwa 3 g Natriumchlorid verwendet werden. Es werden unverzüglich 50 µl interne Standardlösung (2,0 µg/L) (3.10) zugegeben, dann wird die Flasche anhand einer Bördelrandkapsel mit Silikon-/teflonbeschichteter Kappe verschlossen. Die Kapsel wird angebördelt. Der Flascheninhalt wird 10 Minuten anhand eines Schüttelsystems (4.4.) oder eines automatischen Systems (4.7) homogenisiert

Ziffer 6.3 wird wie folgt geändert (der zu streichende Text ist durchgestrichen gekennzeichnet, der kursiv geschriebene Text wird ergänzt).:

Der Nachweis erfolgt mittels Massenspektrometrie mit einer Auswahl bestimmter Ionen für ~~(...) und anhand der internen Standards 2,4,6-Trichloroanisol-d5 (Ionen m/z 199, 215, 217) Quantifizierungsion m/z 215, oder 2,3,6-Trichloroanisol (Ionen m/z 195, 210, 212) Quantifizierungsion m/z 212~~. **Der Nachweis und die quantitative Bestimmung mittels Massenspektrometrie erfolgen durch Selektion bestimmter Ionen. Die nachfolgend aufgeführten Ionenverhältnisse dienen als Anhaltspunkt:**

	Analyt	*Analyt Ionen, die für den Nachweis von Interesse sind (m/z):*	*Quantitative Bestimmung durch das Ion (m/z) ::*
Analyse im SIM-Modus	*2,4,6-TCA*	*195, 210, 212*	*195*
	(2,4,6-TCA)-d_5	*199, 215, 217*	*215*
	2,3,6-TCA	*195, 210, 212*	*212*

Beglaubigte Ausführung Punta del Este, 23. November 2018
Der Generaldirektor der OIV
Sekretär der Generalversammlung
Jean-Marie AURAND

© OIV 2018

Analyse im Tandem-Modus (MS/MS)	*Analyt*	*Ausgangsionen (m/z):*	*Tochterion (m/z):*
	2,4,6-TCA	212	169, 197
		196	*167, 169*
	(2,4,6-TCA)-d_5	217	171, 199

Bei der Bestimmung mittels ECD erfolgt die Identifizierung des Analyten und des internen Standards (2,6-Dibromanisol oder 2,3,6 Trichloranisol) anhand des Chromatogramms, indem die Retentionszeiten der Probenpeaks mit denen der Standardlösungen verglichen werden.

Beglaubigte Ausführung Punta del Este, 23. November 2018
Der Generaldirektor der OIV
Sekretär der Generalversammlung
Jean-Marie AURAND

© OIV 2018