

RESOLUCIÓN OIV-OENO 623-2018

DETERMINACIÓN DEL 2,4,6-TRICLOROANISOL CEDIDO AL VINO POR LOS TAPONES DE CORCHO-ACTUALIZACIÓN DEL METODO OIV-MA-AS315-16

*ATENCIÓN: esta resolución modifica la siguiente resolución:
- OIV/OENO 296/2009*

LA ASAMBLEA GENERAL,

VISTO el artículo 2, párrafo 2 iv del Acuerdo del 3 de abril de 2001 por el que se crea la Organización Internacional de la Viña y el Vino,

A PROPUESTA de la Subcomisión “Métodos de Análisis”,

CONSIDERANDO que las modificaciones propuestas contribuyen a mejorar la exactitud y la precisión del método,

CONSIDERANDO que el patrón interno debería ser semejante químicamente al compuesto o compuestos objeto de análisis y no estar presente de forma natural en la muestra,

CONSIDERANDO que, en la medida de lo posible, los grupos funcionales, el punto de ebullición y la actividad del patrón interno deberían ser semejantes a los de los compuestos objeto de análisis,

CONSIDERANDO que la cantidad de cloruro de sodio que se indica en la Resolución difiere considerablemente de la relación de masas que suele obtenerse en los procesos de validación de métodos analíticos en los que se utiliza esta técnica de preparación previa a la microextracción en fase sólida: “La adición de un 25-30 % (m/v) de cloruro de sodio a la muestra antes de la extracción puede aumentar la fuerza iónica de la solución y esto, a su vez, disminuir la solubilidad de algunos analitos”,

DECIDE actualizar el método OIV-MA-AS315-16 (OIV-OENO 296-2009) del anexo A del Compendio de Métodos Internacionales de Análisis de Vinos y Mostos con las siguientes correcciones:

DETERMINACIÓN DEL 2,4,6-TRICLOROANISOL CEDIDO AL VINO POR LOS TAPONES DE CORCHO

Reemplazar el apartado 3.3 por el siguiente texto:

Patrón interno para GC/MS: 2,4,6-tricloroanisol (TCA)-d5, pureza $\geq 98\%$, o 2,3,6-tricloroanisol, pureza $\geq 99\%$

Patrón interno para GC/ECD: 2,6-dibromoanisol, pureza $\geq 99\%$, o 2,3,6-tricloroanisol, pureza $\geq 99\%$

En el apartado 6.1, modificar el segundo párrafo como sigue (eliminar el texto tachado y añadir el texto en cursiva):

Para aumentar la eficacia de la extracción y la sensibilidad del método, agregar cloruro de sodio (3.2). *Los usuarios del método pueden ajustar/optimizar la cantidad de cloruro de sodio en función del grado de sensibilidad deseado y de los efectos de matriz que puedan darse. Se pueden utilizar, por ejemplo, unos 3 g de cloruro de sodio.* Añadir inmediatamente 50 μL de solución de patrón interno a 2,0 $\mu\text{g/L}$ (3.10), y seguidamente cerrar el frasco mediante una cápsula metálica perforada y provista de un septum de silicona/teflón. Ajustar la cápsula. Homogeneizar el contenido del frasco durante 10 minutos con un sistema de agitación (4.4) o con un sistema automático (4.7).

Modificar el apartado 6.3 como sigue (eliminar el texto tachado y añadir el texto en cursiva):

~~Efectuar la detección por espectrometría de masa con selección de iones específicos para el 2,4,6-tricloroanisol (iones m/z 195, 210, 212) que se cuantifica sobre el ion m/z 195 y el patrón interno 2,4,6-tricloroanisol-d5 (iones m/z 199, 215, 217) que se cuantifica sobre el ion m/z 215.~~ Para la detección y cuantificación por espectrometría de masas se seleccionan iones específicos. *A modo de ejemplo, se sugieren los siguientes:*

Análisis en modo SIM	Analito	Iones de interés para la detección (m/z)	Ion de cuantificación (m/z) :
	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

Análisis en tándem ode (MS/MS)	Analito	Ion prrecursor (m/z):	Iones producto (m/z) :
	2,4,6-TCA	212	169, 197
		196	167, 169
(2,4,6-TCA)-d ₅	217	171, 199	

Para la determinación por ECD, identificar el analito y el patrón interno (2,6-dibromoanisol o 2,3,6 tricloroanisol) en el cromatograma, comparando los tiempos de retención de los picos de la muestra con los picos de las soluciones patrón.