RÉSOLUTION OIV-OENO 645-2020

MÉTHODE DE DÉTERMINATION DE LA MASSE MOLÉCULAIRE MOYENNE DU POLYASPARTATE DE POTASSIUM

AVERTISSEMENT : Cette résolution amende la résolution suivante :
- OIV-OENO 572-2017

L'ASSEMBLÉE GÉNÉRALE,

VU L'ARTICLE 2, paragraphe 2 b) ii de l'Accord du 3 avril 2001 portant création de l'Organisation internationale de la vigne et du vin,

CONSIDÉRANT les travaux du Groupe d'experts « Spécifications des produits œnologiques »,

CONSIDÉRANT la résolution OIV-OENO 543-2016 « Traitement au polyaspartate de potassium » déjà adoptée,

CONSIDÉRANT la résolution OIV-OENO 572-2017 « Monographie sur le polyaspartate de potassium » déjà adoptée,

DÉCIDE d'intégrer l'annexe suivante à la monographie OIV-OENO 572-2017 du Codex œnologique international :

Méthode de détermination de la masse moléculaire moyenne du polyaspartate de potassiu

1. Introduction

L'efficacité du polyaspartate de potassium dans la stabilisation tartrique dépend de la masse moléculaire moyenne, et il s'avère donc nécessaire de disposer d'une méthode de détermination.

2. Objectif

Paramètre à déterminer : masse moléculaire moyenne, exprimée en g/mol.

Exemplaire certifié conforme Paris videoconference, 26 novembre 2020
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Pau ROCA

© OIV 2020

3. Définitions

GPC/SEC : chromatographie par perméation sur gel.

4. Principe

La détermination de la masse moléculaire moyenne nécessite une chromatographie par perméation sur gel (GPC/SEC). Il s'agit d'une chromatographie d'exclusion moléculaire utilisée pour séparer les molécules selon leur dimension.

5. Réactifs et matériel

5.1. Eau bidistillée de résistivité supérieure à 10 MΩ.cm à 25°C.

5.2. Sulfate de sodium anhydre (Na_2SO_4) de pureté ≥ 99 % (CAS 7757-82-6).

5.3. Phosphate de potassium monobasique anhydre (KH_2PO_4) de pureté ≥ 99 % (CAS 7787-77-0).

5.4. Azoture de sodium de pureté ≥ 99% (CAS 26628-22-8). L'utilisation d'azoture de sodium doit être soumis à mesure de prévention pour risque toxique et instabilité (explosif).

5.5. Sels de sodium de l'acide polyacrylique de masse moléculaire comprise entre 1000 et 1250 g/mol (CAS 9003-04-7).

5.6. Acide L-aspartique de pureté ≥ 98 % (CAS 56-84-8).

5.7. Polyaspartate de potassium de pureté ≥ 98 % (CAS 64723-18-8).

6. Appareillage

6.1. Dispositif de filtration de porosité 0,22 µm

Exemplaire certifié conforme Paris videoconference, 26 novembre 2020
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Pau ROCA

© OIV 2020

6.2. Colonne pour GPC/SEC adaptée à des intervalles de masse moléculaire compris entre 500 et 10 000 g/mol

6.3. Détecteur UV

Exemplaire certifié conforme Paris videoconference, 26 novembre 2020
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Pau ROCA

© OIV 2020

Exemplaire certifié conforme Paris videoconference, 26 novembre 2020
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Pau ROCA

© OIV 2020

7. Préparation de l'échantillon

Préparer un volume d'environ 15 mL de la solution de polyaspartate de potassium à 0,1 % (5.7) dans la phase mobile (8.1) et la filtrer sur un filtre de 0,22 μm (6.1). La solution de polyaspartate dans le tampon devient instable au bout de 3 heures. Il convient donc de préparer des solutions fraîches avant chaque injection.

7.1. Étalonnage

Préparer des solutions à 0,1 % pour chaque étalon (5.5 et 5.6) dans la phase mobile (8.1).

Les étalons utilisés sont injectés par masses moléculaires décroissantes.

La courbe d'étalonnage s'obtient en représentant sur un graphique le temps de rétention (variable x) en fonction du logarithme de la masse moléculaire moyenne des étalons (5.5.) (variable y). ($r_2 \geq 0{,}99$).

8. Mode opératoire

8.1. Préparation de la phase mobile

La phase mobile est une solution tampon composée de Na_2SO_4 à 0,1 M (14,2 g/L) (5.2), KH_2PO_4 à 0,01 M (1,36 g/L) (5.3) et 20 mg/L d'azoture de sodium (5.4) dans de l'eau bidistillée (5.1) filtrée en utilisant un filtre de 0,22 µm. La solution tampon doit être utilisée dans les 4 jours suivant la préparation.

8.2. Conditions de chromatographie

- Débit : 0,7 mL/min
- Colonne : Ultrahydrogel Linear TM ou similaire, de dimensions : 7,8*300 mm, contenant des particules possédant un diamètre moyen de 6 µm
- Température de la colonne : 50 °C
- Temps de passage : 40 min
- Volume d'injection : 200 μL
- Détecteur UV : longueur d'onde de 220 nm

Exemplaire certifié conforme Paris videoconference, 26 novembre 2020
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Pau ROCA

© OIV 2020

9. Calculs

Le profil chromatographique correspondant au passage de l'échantillon est comparé avec celui des étalons (5.5). La masse moléculaire du polyaspartate, exprimée en g/mol, est calculée en fonction du temps de rétention de l'échantillon et de la courbe d'étalonnage.

Exemplaire certifié conforme Paris videoconference, 26 novembre 2020
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Pau ROCA

© OIV 2020