RISOLUZIONE OIV-OENO 645-2020

METODO PER LA DETERMINAZIONE DELLA MASSA MOLECOLARE MEDIA DEL POLIASPARTATO DI POTASSIO

ATTENZIONE: questa risoluzione modifica la risoluzione seguente:
- OIV-OENO 572-2017

L'ASSEMBLEA GENERALE,

VISTO L'ARTICOLO 2, paragrafo 2 b) ii dell'Accordo del 3 aprile 2001 che istituisce l'Organizzazione internazionale della vigna e del vino,

CONSIDERATO il lavoro del Gruppo di esperti "Specificazione dei prodotti enologici",

CONSIDERATA la risoluzione già adottata OIV-OENO 543-2016 "Trattamento con poliaspartato di potassio",

CONSIDERATA la risoluzione già adottata OIV-OENO 572-2017 "Monografia del poliaspartato di potassio,

DECIDE di integrare alla monografia OIV-OENO 572-2017 del Codex enologico internazionale il seguente allegato:

Metodo per la determinazione della massa molecolare media del poliaspartato di potassio

1. Introduzione

L'efficacia del poliaspartato di potassio nella stabilizzazione tartarica dipende dal parametro della massa molecolare media, è pertanto necessario disporre di un metodo per la sua determinazione.

2. Scopo

Parametro da determinare: massa molecolare media espressa in g/mol

Esemplare certificato conforme Parigi, videoconferenza, 12 novembre 2020
Il Direttore Generale dell'OIV
Segretario dell'Assemblea Generale
Pau ROCA

© OIV 2020

3. Definizioni

GPC/SEC: cromatografia per gel permeazione

4. Principio

La determinazione della massa molecolare media impiega la cromatografia per gel permeazione (GPC/SEC). Si tratta di una cromatografia ad esclusione molecolare impiegata per separare le molecole in base alla loro dimensione.

5. Reagenti e Materiali

5.1. Acqua bidistillata con resistività superiore a 10 M□.cm a 25°C

5.2. Solfato di sodio anidro (Na2SO4) ≥ 99% (CAS 7757-82-6)

5.3. Fosfato di potassio monobasico anidro (KH2PO4), ≥ 99% (CAS 7787-77-0)

5.4. Sodio azide di purezza ≥ 99% (CAS 26628-22-8). L'impiego della sodio azide deve essere sottoposto a misure di prevenzione per rischi di tossicità e instabilità (esplosivo).

5.5. Sali di sodio dell'acido poliacrilico con masse molecolari compresi tra 1000 e 1250 g/mol (CAS 9003-04-7)

5.6. Acido L-aspartico ≥ 98% (CAS 56-84-8)

5.7. Poliaspartato di potassio di purezza ≥ 98% (CAS 64723-18-8)

6. Strumentazione

6.1. Dispositivo di filtrazione di porosità pari a 0,22 μm

6.2. Colonna per GPC per intervalli di massa molecolare compresi tra 500 e 10000 g/mol

Esemplare certificato conforme Parigi, videoconferenza, 12 novembre 2020
Il Direttore Generale dell'OIV
Segretario dell'Assemblea Generale
Pau ROCA

© OIV 2020

6.3. Detector UV

7. Preparazione del campione

Preparare un volume pari a circa 15 mL della soluzione allo 0,1% di poliaspartato di potassio (5.7) nella fase mobile (8.1) e filtrarla su un filtro da 0,22 µm (6.1). La soluzione di poliaspartato nel tampone risulta instabile dopo 3 ore, pertanto soluzioni fresche devono essere preparate prima di ogni iniezione.

7.1. Calibrazione

Preparare soluzioni allo 0,1% di ciascuno standard (5.5 e 5.6) nella fase mobile (8.1).

Gli standard utilizzati sono iniettati secondo le masse molecolari decrescenti.

La curva di calibrazione si ottiene rappresentando in un grafico il tempo di ritenzione (variabile X) in funzione del logaritmo della massa molecolare media degli standard (5.5) (variabile Y). (r2≥ 0,99)

8. Procedimento

8.1. Preparazione della fase mobile.

La fase mobile è una soluzione tampone composta da Na_2SO_4 0,1 M (14,2g/L) (5.2), KH_2PO_4 0,01 M (1,36 g/L) (5.3) e 20 mg/L di sodioazide (5.4) in acqua bidistillata (5.1) filtrata usando un filtro da 0,22 µm. La soluzione tampone può essere impiegata entro 4 giorni dalla preparazione.

8.2. Condizioni cromatografiche

- Flusso: 0,7 mL/min
- Colonna: Ultrahydrogel Linear TM o simili, dimensioni: 7,8*300 mm e contenente particelle aventi diametro medio pari a 6 µm
- Temperatura della colonna: 50°C
- Durata della corsa: 40 min
- Volume di iniezione: 200 µL
- Rilevatore UV: lunghezza d'onda pari a 220 nm

Esemplare certificato conforme Parigi, videoconferenza, 12 novembre 2020
Il Direttore Generale dell'OIV
Segretario dell'Assemblea Generale
Pau ROCA

© OIV 2020

9. Calcoli

Viene rilevato il profilo cromatografico della corsa del campione rispetto a quello degli standard (5.5). In base al tempo di ritenzione del campione ed alla curva di calibrazione è calcolata la massa molecolare del poliaspartato, espressa in g/mol.

Esemplare certificato conforme Parigi, videoconferenza, 12 novembre 2020
Il Direttore Generale dell'OIV
Segretario dell'Assemblea Generale
Pau ROCA

© OIV 2020