

RISOLUZIONE OIV-OENO 623-2018

DOSAGGIO DEL 2,4,6-TRICLOROANISOLE RILASCIABILE NEL VINO DAI TAPPI DI SUGHERO - AGGIORNAMENTO DEL METODO OIV-MA- AS315-16

*ATTENZIONE: questa risoluzione modifica la seguente risoluzione:
- OIV/OENO 296/2009*

L'ASSEMBLEA GENERALE,

VISTO l'articolo 2, paragrafo 2 iv dell'Accordo del 3 aprile 2001 che istituisce l'Organizzazione internazionale della vigna e del vino,

SU PROPOSTA dalla Sottocommissione "Metodi di analisi",

CONSIDERATO che le modifiche proposte contribuiscono a migliorare l'accuratezza e la precisione del metodo,

CONSIDERATO che lo standard interno utilizzato dovrebbe essere chimicamente simile al o ai composti sottoposti ad analisi e non essere naturalmente presente nel campione,

CONSIDERATO che, ove possibile, lo standard interno dovrebbe avere gruppi funzionali, punto di ebollizione e attività simili a quelli dei composti sottoposti ad analisi,

CONSIDERATO che la quantità di cloruro di sodio indicata nella risoluzione differisce significativamente dal rapporto di massa solitamente ottenuto nei processi di validazione analitica nell'ambito dei quali ci si avvale di una tecnica di preparazione per la microestrazione in fase solida, come si evince da "L'aggiunta del 25-30% di cloruro di sodio (m/v) al campione prima dell'estrazione può aumentare la forza ionica della soluzione e, a sua volta, ridurre la solubilità di alcuni analiti".

DECIDE di aggiornare il metodo OIV-MA-AS315-16 (OIV-OENO 296-2009) dell'allegato A della Raccolta dei metodi internazionali di analisi dei vini e dei mosti come segue:

DOSAGGIO DEL 2,4,6-TRICLOROANISOLO RILASCIABILE NEL VINO DAI TAPPI DI SUGHERO

Il punto 3.3 viene sostituito dal testo seguente:

Standard interno per le analisi GC/MS: 2,4,6-tricloroanisolo (TCA)-d₅, purezza ≥ 98%, oppure 2,3,6-tricloroanisolo, purezza ≥ 99%.

Standard interno per le analisi GC/ECD: 2,6-dibromoanisolo, purezza ≥ 99%, oppure 2,3,6-tricloroanisolo, purezza ≥ 99%.

Al punto 6.1, il secondo paragrafo viene modificato come segue (la parte da eliminare è barrata mentre la parte da aggiungere è in corsivo):

Per aumentare l'efficacia dell'estrazione e la conseguente sensibilità del metodo, si può aggiungere ~~una quantità di circa 1 g di cloruro di sodio (3.2).~~ Gli utilizzatori del metodo possono aggiustare/ottimizzare la quantità di cloruro di sodio in funzione del livello di sensibilità desiderato e degli eventuali effetti matrice. Ad esempio, si suggerisce l'utilizzo di una quantità di cloruro di sodio di circa 3 g. 50 µL di soluzione campione interna a 2,0 µg/L (3.10) sono immediatamente aggiunti, quindi il flacone si chiude con una capsula metallica bucata e con un setto in silicone/teflonato. La capsula è aggraffata. Il contenuto del flacone è omogeneizzato 10 minuti con agitazione per mezzo di un sistema d'agitazione (4.4) o con il sistema automatico (4.7).

Il punto 6.3 viene modificato come segue (la parte da eliminare è barrata mentre la parte da aggiungere è in corsivo):

~~La rivelazione viene effettuata in spettrometria di massa con selezione di ioni specifici per 2,4,6-tricloroanisolo (m/z 195, 210, 212 ioni) e quantificati sullo ione m/z 195 e sullo standard interno 2,4,6-tricloroanisolo d₅ (m/z 199, 215, 217 ioni) e quantificati sullo ione m/z 215. La rilevazione e la quantificazione si effettuano mediante spettrometria di massa avvalendosi di una selezione di ioni specifici. Ad esempio, si suggerisce il seguente rapporto tra ioni:~~

| | <i>Analita</i> | <i>Ioni di interesse per la rilevazione (m/z)</i> | <i>Quantificazione sullo ione (m/z)</i> |
|--------------------------------|----------------------------------|---|---|
| <i>Analisi in modalità SIM</i> | <i>2,4,6-TCA</i> | <i>195, 210, 212</i> | <i>195</i> |
| | <i>(2,4,6-TCA)-d₅</i> | <i>199, 215, 217</i> | <i>215</i> |
| | <i>2,3,6-TCA</i> | <i>195, 210, 212</i> | <i>212</i> |

| | <i>Analita</i> | <i>Ione padre (m/z):</i> | <i>Ioni figlio (m/z):</i> |
|---|----------------------------------|--------------------------|---------------------------|
| <i>Analisi in modalità tandem (SM/SM)</i> | <i>2,4,6-TCA</i> | <i>212</i> | <i>169, 197</i> |
| | | <i>196</i> | <i>167, 169</i> |
| | <i>(2,4,6-TCA)-d₅</i> | <i>217</i> | <i>171, 199</i> |

Per la rilevazione tramite ECD, identificare l'analita e lo standard interno (2,6-dibromoanisolo o 2,3,6 tricloroanisolo) nel cromatogramma, comparando i tempi di ritenzione dei picchi corrispondenti del campione a quelli dei picchi delle soluzioni standard.