RESOLUCIÓN OIV-OENO 645-2020

MÉTODO DE DETERMINACIÓN DE LA MASA MOLECULAR MEDIA DEL POLIASPARTATO DE POTASIO

ATENCIÓN: Esta resolución modifica la siguiente resolución:
- OIV-OENO 572-2017

LA ASAMBLEA GENERAL,

VISTO EL ARTÍCULO 2, párrafo 2 b) ii del Acuerdo de 3 de abril de 2001 por el que se crea la Organización Internacional de la Viña y el Vino,

CONSIDERANDO los trabajos del Grupo de expertos “Especificación de los Productos Enológicos”,

CONSIDERANDO la Resolución OIV-OENO 543-2016, “Tratamiento con poliaspartato de potasio - vino”, aprobada por la OIV,

CONSIDERANDO la Resolución OIV-OENO 572-2017, “Monografía sobre el poliaspartato de potasio”, aprobada por la OIV,

DECIDE incorporar a la monografía OIV-OENO 572-2017 del Codex Enológico Internacional el siguiente anexo:

Método de determinación de la masa molecular media del poliaspartato de potasio

1. Introducción

La eficacia del poliaspartato de potasio en la estabilización tartárica depende de su masa molecular media, por lo que es necesario contar con un método de determinación.

2. Objetivo

Determinar la masa molecular media en g/mol.

Certificado conforme París videoconferencia 26 de noviembre de 2020
El Director General de la OIV
Secretario de la Asamblea General
Pau ROCA

© OIV 2020

3. Definiciones

GPC/SEC: cromatografía de permeación en gel.

4. Fundamento

La determinación de la masa molecular media se lleva a cabo por cromatografía de permeación en gel (GPC/SEC), un tipo de cromatografía de exclusión molecular que se utiliza para separar las moléculas según su tamaño.

5. Reactivos y materiales

5.1. Agua bidestilada con resistividad superior a 10 MΩ·cm a 25 °C

5.2. Sulfato de sodio anhidro (Na_2SO_4), pureza ≥ 99 % (CAS 7757-82-6)

5.3. Fosfato de potasio monobásico anhidro (KH_2PO_4), pureza ≥ 99 % (CAS 7787-77-0)

5.4. Azida de sodio, pureza ≥ 99 % (CAS 26628-22-8). La azida de sodio es tóxica e inestable (riesgo de explosión), por lo que se deben tomar medidas de precaución.

5.5. Sales de sodio del ácido poliacrílico con masas moleculares comprendidas entre 1000 y 1250 g/mol (CAS 9003-04-7)

5.6. Ácido L-aspártico, pureza ≥ 98 % (CAS 56-84-8)

5.7. Poliaspartato de potasio, pureza ≥ 98 % (CAS 64723-18-8)

6. Equipo

6.1. Dispositivo de filtración con un tamaño de poro de 0,22 µm

Certificado conforme París videoconferencia 26 de noviembre de 2020
El Director General de la OIV
Secretario de la Asamblea General
Pau ROCA

© OIV 2020

6.2. Columna para GPC apta para masas moleculares de entre 500 y 10 000 g/mol

6.3. Detector UV

7. Preparación de la muestra

Preparar unos 15 mL de solución de poliaspartato de potasio al 0,1 % (5.7) con la fase móvil (8.1) y filtrar con un filtro de 0,22 μm (6.1). La solución amortiguada de poliaspartato se mantiene estable durante un máximo de 3 horas, por lo que se debe preparar justo antes de cada inyección.

7.1. Calibración

Preparar soluciones al 0,1 % de cada patrón (5.5 y 5.6) con la fase móvil (8.1).

Los patrones utilizados se inyectan por orden decreciente de masa molecular.

La curva de calibración se obtiene representando gráficamente el tiempo de retención (variable x) frente al logaritmo de la masa molecular media de los patrones (5.5) (variable y). (r^2 ≥ 0,99).

8. Procedimiento

8.1. Preparación de la fase móvil

La fase móvil es una solución amortiguadora compuesta por Na_2SO_4 0,1 M (14,2 g/L) (5.2), KH_2PO_4 0,01 M (1,36 g/L) (5.3) y 20 mg/L de azida de sodio (5.4) en agua bidestilada (5.1) filtrada usando un filtro de 0,22 μm. La solución amortiguadora se debe utilizar en un plazo de 4 días tras su elaboración.

8.2. Condiciones cromatográficas

- Flujo: 0,7 mL/min
- Columna: Ultrahydrogel Linear TM o similar, dimensiones: 7,8 × 300 mm, rellena con partículas de un diámetro medio de 6 µm
- Temperatura de la columna: 50 °C
- Tiempo de desarrollo: 40 min

Certificado conforme París videoconferencia 26 de noviembre de 2020
El Director General de la OIV
Secretario de la Asamblea General
Pau ROCA

© OIV 2020

- Volumen de inyección: 200 μL
- Detector UV: longitud de onda de 220 nm

9. Cálculos

Comparar el perfil cromatográfico de la muestra con el perfil de los patrones (5.5). La masa molecular del poliaspartato, expresada en g/mol, se calcula a partir del tiempo de retención de la muestra y de la curva de calibración.

Certificado conforme París videoconferencia 26 de noviembre de 2020
El Director General de la OIV
Secretario de la Asamblea General
Pau ROCA

© OIV 2020