

RÉSOLUTION OIV-OENO 623-2018

DOSAGE DU 2,4,6-TRICHLOROANISOLE RELARGABLE DANS LE VIN PAR LES BOUCHONS DE LIÈGE – MISE A JOUR DE LA METHODE OIV- MA-AS315-16

*AVERTISSEMENT: cette résolution amende la résolution suivante :
- OIV/OENO 296/2009*

L'ASSEMBLÉE GÉNÉRALE,

VU l'article 2, paragraphe 2 iv de l'Accord du 3 avril 2001 portant création de l'Organisation internationale de la vigne et du vin,

SUR PROPOSITION de la Sous-commission « Méthodes d'analyse »,

CONSIDÉRANT que les modifications proposées sont à même d'améliorer l'exactitude et la fidélité de la méthode,

CONSIDÉRANT que l'étalon interne pertinent devrait être similaire du point de vue chimique au(x) composé(s) à analyser, mais n'est pas censé être naturellement présent dans l'échantillon,

CONSIDÉRANT que les groupes fonctionnels, le point d'ébullition et l'activité de l'étalon interne devraient autant que possible être similaires à ceux des composés à analyser,

CONSIDÉRANT que la quantité de chlorure de sodium indiquée dans la résolution diffère significativement du rapport de masse obtenu lors des procédures de validation analytique impliquant la mise en œuvre de la technique préparatoire à la microextraction en phase solide : « L'addition de 25-30 % (m/v) de chlorure de sodium à l'échantillon avant l'extraction est susceptible d'augmenter la force ionique de la solution, et de réduire la solubilité de certains analytes »,

DÉCIDE de mettre à jour la méthode OIV-MA-AS315-16 (OIV-OENO 296-2009) de l'annexe A du Recueil des méthodes internationales d'analyse des vins et des moûts en introduisant les modifications suivantes :

DOSAGE DU 2,4,6-TRICHLOROANISOLE RELARGABLE DANS LE VIN PAR LES BOUCHONS DE LIÈGE

Le point 3.3 est remplacé par le texte suivant :

Étalon interne pour l'analyse GC/MS : 2,4,6-trichloroanisole (TCA)-d5, pureté $\geq 98\%$, ou 2,3,6-trichloroanisole, pureté $\geq 99\%$.

Étalon interne pour l'analyse GC/ECD : 2,6-dibromoanisole, pureté $\geq 99\%$, ou 2,3,6-trichloroanisole, pureté $\geq 99\%$.

Au point 6.1, le deuxième paragraphe est modifié comme suit (la partie à supprimer est barrée, la partie en italique est ajoutée) :

Pour augmenter l'efficacité de l'extraction et la sensibilité de la méthode en conséquence, il peut être ajoutée une quantité d'environ 1 g de du chlorure de sodium (3.2). La quantité de chlorure de sodium peut être ajustée / optimisée par les utilisateurs de cette méthode, en fonction du niveau de sensibilité souhaité et des éventuels effets de matrice pouvant survenir. A titre d'exemple, une quantité de chlorure de sodium d'environ 3 g est suggérée. 50 μ L de solution d'étalon interne à 2,0 μ g/L (3.10) sont immédiatement ajoutés, puis le flacon est fermé à l'aide d'une capsule métallique percée munie d'un opercule silicone/téflonné. La capsule est sertie. Le contenu du flacon est homogénéisé 10 minutes par agitation à l'aide d'un système d'agitation (4.4) ou par le système automatique (4.7).

Le point 6.3 est modifié comme suit (la partie à supprimer est barrée, la partie en italique est ajoutée) :

~~La détection s'effectue par spectrométrie de masse avec sélection d'ions spécifiques pour le 2,4,6-trichloroanisole (ions m/z 195, 210, 212) et quantifié sur l'ion m/z 195 et l'étalon interne 2,4,6-trichloroanisole d5 (ions m/z 199, 215, 217) et quantifié sur l'ion m/z 215. La détection et quantification par spectrométrie de masse s'effectuent au moyen d'une sélection d'ions spécifiques. A titre d'exemple, le rapport d'ions suivant est suggéré :~~

Analyse en mode SIM	Analyte	Ions d'intérêt pour la détection (m/z):	Quantification sur l'ion (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

Analyse en mode tandem (MS/MS)	Analyte	Ions parents (m/z):	Ions fils (m/z) :
	2,4,6-TCA	212	169, 197
		196	167, 169
	(2,4,6-TCA)-d ₅	217	171, 199

Pour la détermination par ECD, identifier l'analyte et l'étalon interne (2,6-dibromoanisole ou 2,3,6 trichloroanisole) dans le chromatogramme, en comparant les temps de rétention des pics correspondants de l'échantillon à ceux des pics des solutions d'étalon.