# RESOLUTION OIV-OENO 683-2022

# AKTUALISIERUNG DER METHODE OIV-MA-AS323-02B – QUANTITATIVE BESTIMMUNG DES GESAMTSTICKSTOFFS NACH DER DUMAS-METHOD (MOST UND WEIN)

*HINWEIS: Folgender Resolutionsentwurf wird durch die vorliegende Resolution geändert:*
*OENO 13/2002*

DIE GENERALVERSAMMLUNG,

GESTÜTZT auf Artikel 2 Absatz IV des Übereinkommens vom 3. April 2001 zur Gründung der Internationalen Organisation für Rebe und Wein,

AUF VORSCHLAG der Unterkommission „Analysemethoden“,

IN DER ERWÄGUNG, dass die Leistung der Methode durch die vorgeschlagenen Änderungen verbessert werden kann,

BESCHLIESST, die Resolution OENO 13/2002 zu ändern und demzufolge die Methode OIV-MA-AS323-02B in Anhang A der *Sammlung internationaler Analysemethoden für Wein und Most* durch die folgenden Änderungen:



Beglaubigte Ausführung Ensenada, 4 November 2022
Der Generaldirektor der OIV
Sekretär der Generalversammlung
Pau ROCA

© OIV 2022

**Methode OIV-MA-AS323-02B**

**Typ IV-Methode**

# AKTUALISIERUNG DER METHODE OIV-MA-AS323-02B

# Quantitative Bestimmung des Gesamtstickstoffs nach der Dumas-Methode

# (Most und Wein)

(Resolution OENO 13/2002)

## 1. Anwendungsgebiet

Die vorliegende Methode dient der quantitativen Bestimmung des Gesamtstickstoffs in Most und Wein in Konzentrationen bis 1000 mg/L angewandt.

## 2. Prinzip

Die quantitative Bestimmung des Gesamtstickstoffs in einer organischen Matrix kann anhand der Methode nach Dumas erfolgen. Diese beruht auf einer vollständigen Verbrennung der Matrix unter Sauerstoffzugabe bei einer Temperatur von über 900°C, gefolgt von einer Nachoxidation. Die Stickoxide werden dann zu Distickstoff reduziert, der nach Entfernung der anderen Oxide, Spuren von Wasser und Kohlendioxid mit einem Wärmeleitfähigkeitsdetektor (Katharometer) quantitativ erfasst wird.

Die Art und Anordnung der Fallen sind je nach Art des Materials unterschiedlich.

## 3. Reagenzien und Chemikalien

### 3.1. Stickstoff (technische Qualität)

### 3.2. Hochreines Helium für GC (z.B. H2O ≤ 3 ppm; O2 ≤ 2 ppm; CnHm ≤ 1 ppm; N2 ≤ 5 ppm)



Beglaubigte Ausführung Ensenada, 4 November 2022
Der Generaldirektor der OIV
Sekretär der Generalversammlung
Pau ROCA

© OIV 2022

### 3.3. Hochreiner Sauerstoff für GC (z.B. H2O ≤ 3 ppm; Ar ≤ 3 ppm; CnHm ≤ 0,2 ppm; N2 ≤ 5 ppm)

### 3.4. demineralisiertes Wasser (z.B. ISO 3696 Typ I oder HPLC-Typ)

### 3.5. Oxidationsmittel (z.B. Kupferoxid [1317-38-0], Chromsesquioxid [1308-38-9] oder Silberkobaltoxid [1308-06-1]

### 3.6. Reduktionsmittel (z.B. Kupfer [7440-50-8])

### 3.7. Dehydratisierungsmittel (z.B. Natriumhydroxid auf Kieselsäure oder ein Gemisch von Kristallen mit Quarz [1310-73-2], wasserfreiem Magnesiumperchlorat [10034-81-8] oder Calciumsulfat [7778-18-9])

### 3.8. Produkt für Standardreihe (z.B. Tris(hydroxymethyl)aminomethan [77-86-1] oder Atropin [51-55-8])

### 3.9. Interne Qualitätskontrolle (z.B. Glutaminsäure-Hydrochlorid [138-15-8] oder Probe aus einem Ringversuch)

## 4. Geräte

### 4.1. Zentrifuge

### 4.2. Ultraschallbad

### 4.3. Stickstoffanalysator optional mit Probengeber

### 4.4. Präzisionswaage, 0,5 mg - 30 g (± 0,01 mg)

## 5. Probenahme

Entgasung von Schaumweinen durch 5 bis 10-minütige Einleitung von Stickstoff (3.1) Enthält die Probe erhebliche Mengen Kohlendioxid, so ist eine Entgasung, z. B. durch Stickstoffspülen (3.1), 5 bis 10 Minuten lang oder mit einem Ultraschallbad durchzuführen (4.2). Die Moste werden zentrifugiert (4.1).



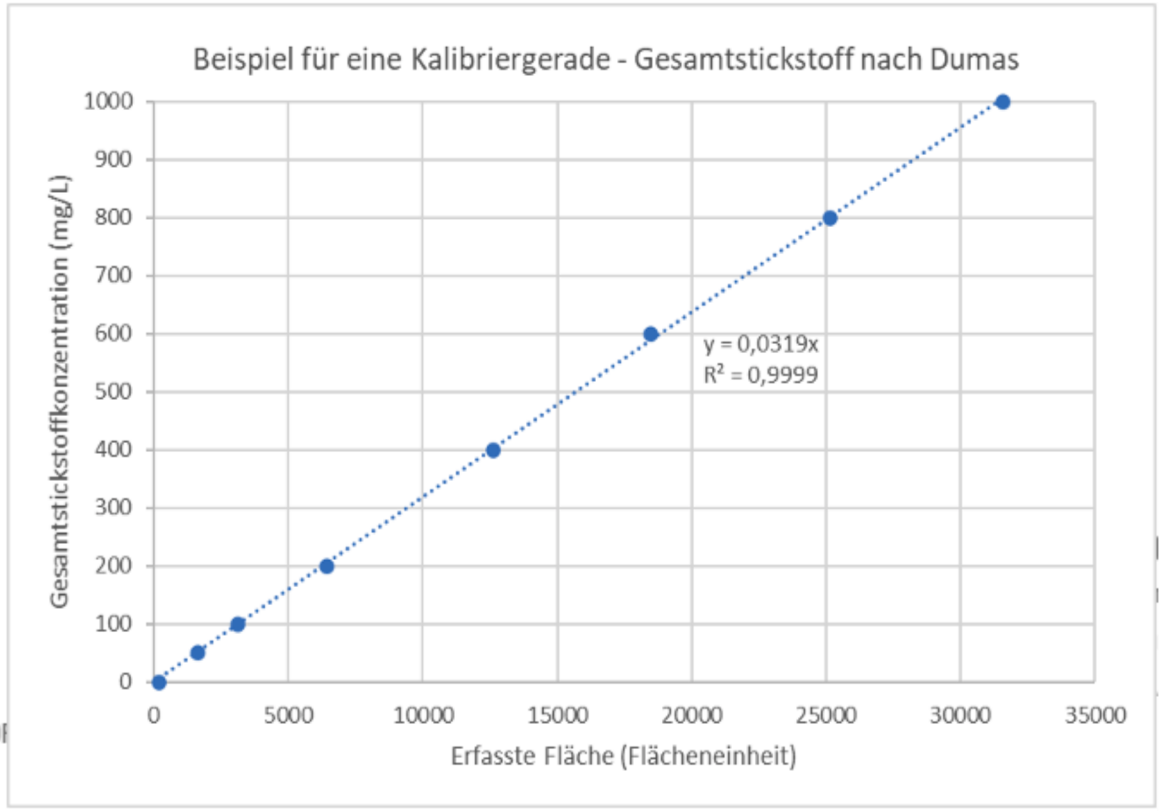
Beglaubigte Ausführung Ensenada, 4 November 2022
Der Generaldirektor der OIV
Sekretär der Generalversammlung
Pau ROCA

© OIV 2022

# 6. Durchführung

## 6.1. Vorbereitung der Standardreihe (als Anhaltspunkt)

Aus einer Lösung von 1 g/L TRIS (3.8) werden Proben mit 800, 500, 250, 100 und 50 mg N/L vorbereitet. Die Kalibrierkurve wird in einem linearen Modell verläuft somit von der Leerprobe bis zur Lösung von 1g N/L durch 7 Punkte. Sie wird vom Gerät aufgezeichnet. Der Standard wird zu Beginn der analytischen Abfolge auf 500 mg N/L eingestellt und erforderlichenfalls zur Justierung des Gerätes wiederholt.




## 6.2. Vorbereitung der Eigenkontrollen (als Anhaltspunkt)

Die Eigenkontrollen werden regelmäßig am Anfang und in der Mitte einer Analysenserie eingefügt. Sie können anhand von Glutaminsäure-Hydrochlorid (3.9) hergestellt werden, das als Lösung von 150, 300 und 600 mg N/L in demineralisiertem Wasser (3.4) verwendet wird.



Beglaubigte Ausführung Ensenada, 4 November 2022
Der Generaldirektor der OIV
Sekretär der Generalversammlung
Pau ROCA

© OIV 2022

$$C_{Glutaminsäure} = \frac{M_{Glutaminsäure} \times C_N}{M_N}$$

Mit :

- $C_{Glutaminsäure}$ die Glutaminsäurekonzentration in der Lösung, ausgedrückt in g/L ;
- $C_N$ die Stickstoffkonzentration in der Lösung, ausgedrückt in g/l ;
- $M_{Glutaminsäure}$ die Molmasse von Glutaminsäure. $M_{Glutaminsäure}$ = 183,59 g/mol ;
- $M_N$ die Molmasse von Stickstoff. $M_N$= 14,007 g/mol.

7,864 g Glutaminsäure (3.9) wiegen (4.4) und in demineralisiertem Wasser (3.4) in 1 Liter lösen, um eine Lösung von 600 mg N/L zu erhalten. 50% verdünnen, indem 250 mL dieser Lösung übertragen und auf 500 mL verdünnt werden, um eine 300 mg N/L-Lösung zu erhalten. Wiederholen Sie dies mit 250 mL der 300 mg N/L-Lösung auf 500 mL, um eine 150 mg N/L-Lösung zu erhalten.

### 6.3. Vorbereitung der Proben

Die für die Analyse des Mosts oder Weins definierte Probemenge anhand der Präzisionswaage (4.4) auf 0,01 mg genau einwiegen (4.4). Stellen Sie die Proben zur Analyse ins Gerät.

### 6.4. Analyse der Proben

Die Analyse der Standards und Proben wird nach den Anweisungen des Geräteherstellers durchgeführt.

## 7. Angabe der Ergebnisse

Die Ergebnisse werden in mg/L ohne signifikante Stelle nach dem Komma angegeben.

## 8. Präzision

| Anzahl der Laboratorien | Mittelwert | Wiederholbarkeit r | Reproduzierbarkeit R |
|---|---|---|---|



Beglaubigte Ausführung Ensenada, 4 November 2022
Der Generaldirektor der OIV
Sekretär der Generalversammlung
Pau ROCA

© OIV 2022

| | | | |
|---|---|---|---|
| 11 | 591 mg/L | 43 mg/L | 153 mg/L |

# 9. Literatur


1. DUMAS, A.: *Annales de chimie*, vol. 33, 1826, p.342.
2. Buckee, G. K.: *Determination of total nitrogen in Barley, Malt and Beer by Kjeldahl procedures and the Dumas combustion method*, Collaborative trial. J. Inst. Brew., vol. 100, 1994, pp. 57-64.
3. ISO 3696: Wasser für analytische Zwecke; Anforderungen und Prüfungen.
4. Betriebshandbuch des Herstellers des Gerätes oder dergleichen.




Beglaubigte Ausführung Ensenada, 4 November 2022
Der Generaldirektor der OIV
Sekretär der Generalversammlung
Pau ROCA

© OIV 2022