

RESOLUCIÓN OIV-OENO 683-2022

ACTUALIZACIÓN DEL MÉTODO OIV-MA-AS323-02B - Cuantificación del nitrógeno total por el método de Dumas (mostos y vinos)

*ADVERTENCIA: Este resolución modifica a la siguiente resolución:
- OENO 13/2002*

LA ASAMBLEA GENERAL,

VISTO el artículo 2, párrafo 2 iv del Acuerdo del 3 de abril de 2001, por el que se crea la Organización Internacional de la Viña y el Vino,

A PROPUESTA de la Subcomisión “Métodos de Análisis”,

CONSIDERANDO que las modificaciones propuestas pueden mejorar la eficacia del método,

DECIDE modificar la resolución OENO 13/2002 y en consecuencia el método OIV-MA-AS323-02B del anexo A del Compendio de Métodos Internacionales de Análisis de Vinos y Mostos e introducir las siguientes modificaciones:

Método OIV-MA-AS323-02B

Método de tipo IV

ACTUALIZACIÓN DEL MÉTODO OIV-MA-AS323-02B

Cuantificación del nitrógeno total por el método de Dumas (mostos y vinos)

(Resolución OENO 13/2002)

1. **Ámbito de aplicación**

El presente método se aplica al análisis del nitrógeno total de los mostos y de los vinos hasta 1000 mg/L.

2. Fundamento

El nitrógeno total de una matriz orgánica se puede determinar por el método de Dumas, que consiste en una combustión total de la matriz en presencia de oxígeno a una temperatura superior a 900°C, seguida de una oxidación complementaria. Los óxidos de nitrógeno se reducen a dinitrógeno, que se cuantifica mediante un detector de conductividad térmica (catarómetro), previa eliminación de los demás óxidos y de las trazas de agua y dióxido de carbono.

La naturaleza y la localización de las trampas varían con el tipo de material.

3. Reactivos y sustancias

3.1. Nitrógeno (calidad técnica)

3.2. Helio de gran pureza para cromatografía de gases (p. ej., $H_2O \leq 3$ ppm, $O_2 \leq 2$ ppm, $C_nH_m \leq 1$ ppm, $N_2 \leq 5$ ppm)

3.3. Oxígeno de gran pureza para cromatografía de gases (p. ej., $H_2O \leq 3$ ppm, $Ar \leq 3$ ppm, $C_nH_m \leq 0,2$ ppm, $N_2 \leq 5$ ppm)

3.4. Agua desmineralizada (p. ej., de tipo I según la norma ISO 3696 o de calidad HPLC)

3.5. Oxidante (p. ej., óxido de cobre [1317-38-0], sesquióxido de cromo [1308-38-9] o óxido de cobalto cobáltico plateado [1308-06-1])

3.6. Reductor (p. ej., cobre [7440-50-8])

3.7. Deshidratantes (p. ej., hidróxido de sodio sobre sílice o en cristales con cuarzo [1310-73-2], perclorato de magnesio anhidro [10034-81-8] o sulfato de calcio [7778-18-9])

3.8. Producto para la serie de soluciones de calibración (p. ej., tris(hidroximetil)aminometano [77-86-1] o atropina [51-55-8])

3.9. Control interno de la calidad (p. ej. clorhidrato de ácido glutámico [138-15-8] o una muestra procedente de un programa de intercomparación entre laboratorios)

4. Equipo

4.1. Centrífuga

4.2. Baño ultrasónico

4.3. Analizador de nitrógeno, equipado o no con un muestreador automático

4.4. Balanza de precisión entre 0,5 mg y 30 g a $\pm 0,01$ mg

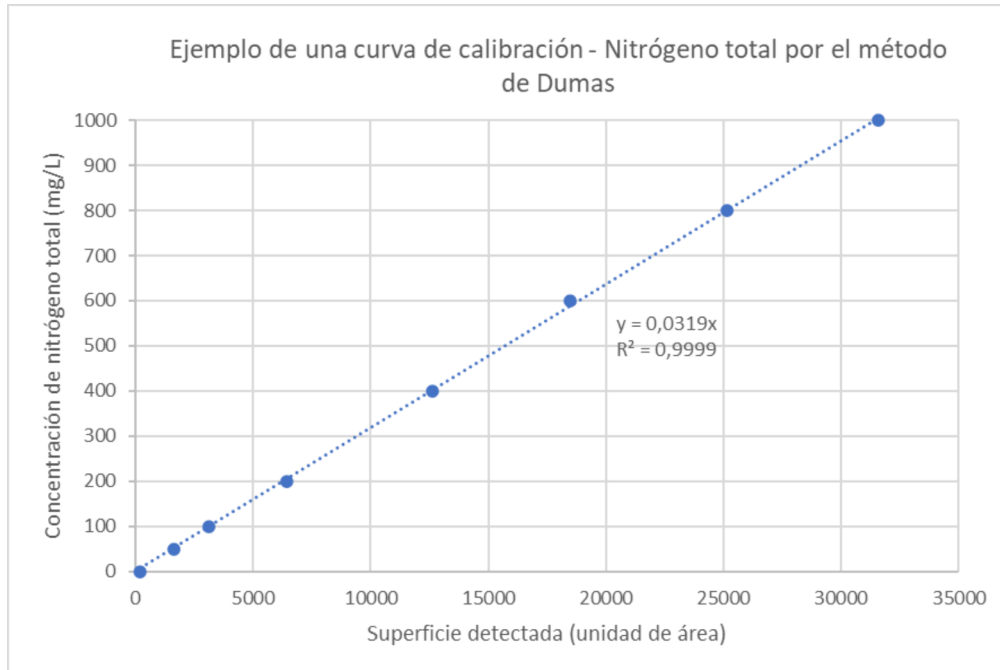
5. Preparación de la muestra

Si la muestra contiene una cantidad significativa de dióxido de carbono, desgasificar los vinos por ejemplo por burbujeo con nitrógeno (3.1) durante 5-10 min o con un baño ultrasónico (4.2). Centrifugar los mostos (4.1).

6. Procedimiento

6.1. Preparación de la serie de soluciones patrón (a modo de ejemplo)

A partir de una solución de TRIS (3.8) de $1\mu\text{g N/L}$, preparar una serie de soluciones de 800, 500, 250, 100 y $50\mu\text{mg N/L}$. En consecuencia, la curva de calibración pasa por 7 puntos, desde el blanco hasta la solución de $1\mu\text{g/L}$ y sigue un modelo lineal. El equipo calcula la curva de calibración. Volver a pasar la solución de $500\mu\text{mg/L}$ antes de cada serie analítica y cuando sea necesario, para ajustar el equipo.



6.2. Preparación de autocontroles (a modo de ejemplo)

Los autocontroles se hacen regularmente al principio y en medio de una serie de análisis. Se pueden preparar con ácido glutámico en forma de clorhidrato (3.9) utilizado en forma de soluciones de 150, 300 y 600 mg N/L en agua desmineralizada (3.4).

$$C_{\text{ácido glutámico}} = \frac{M_{\text{ácido glutámico}} \times C_N}{M_N}$$

Con :

$C_{\text{ácido glutámico}}$ la concentración de ácido glutámico en la solución, expresada en g/L ;

C_N la concentración de nitrógeno en la solución, expresada en g/L ;

$M_{\text{ácido glutámico}}$ la masa molar del ácido glutámico. $M_{\text{ácido glutámico}} = 183,59$ g/mol ;

M_N la masa molar de nitrógeno. $M_N = 14,007$ g/mol.

Pesar (4.4) 7,864 g de ácido glutámico (3.9) y diluirlo en el agua desmineralizada (3.4) hasta 1 L, para obtener una solución de 600 mg N/L. Diluir a la mitad transfiriendo 250 mL de esta solución y añadiendo 250 mL de agua desmineralizada para obtener

una solución de 300 mg N/L. Repetir la operación con 250 mL de la solución de 300 mg N/L en 500 mL para obtener una solución de 150 mg N/L.

6.3. Preparación de las muestras

En una balanza de precisión (4.4), pesar (con una aproximación de 0,01 mg) el volumen de mosto o vino definido para el ensayo. Colocar las muestras en el equipo para proceder al análisis.

6.4. Análisis de las muestras

Efectuar el análisis de los patrones y de las muestras según las instrucciones del fabricante del aparato.

7. Expresión de los resultados

Se expresan en mg/L y sin cifras significativas después de la coma.

8. Precisión

Número de laboratorios	Concentración media	Repetibilidad r	Reproducibilidad R
11	591 mg/L	43 mg/L	153 mg/L

9. Bibliografía

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: Agua para uso en análisis de laboratorio - Especificación y métodos de ensayo.
4. Manual de instrucciones del fabricante del aparato o equivalente.