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.

Certificado conforme Ensenada, 4 de noviembre de 2022
El Director General de la OIV
Secretario de la Asamblea General
Pau ROCA

© OIV 2022

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□ ≤ □3 ppm, $O_{2□}$ ≤ □2 ppm, C_nH_m ≤ 1 ppm, N_2 ≤ 5 ppm)

3.3. Oxígeno de gran pureza para cromatografía de gases (p. ej., H_2O ≤ 3 ppm, Ar ≤ 3 ppm, C_nH_m ≤ 0,2 ppm, N_2 ≤ 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])

Certificado conforme Ensenada, 4 de noviembre de 2022
El Director General de la OIV
Secretario de la Asamblea General
Pau ROCA

© OIV 2022

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 ± 0,01 mg

5. Preparación de la muestra

Si la muestra contiene une cuantidad 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).

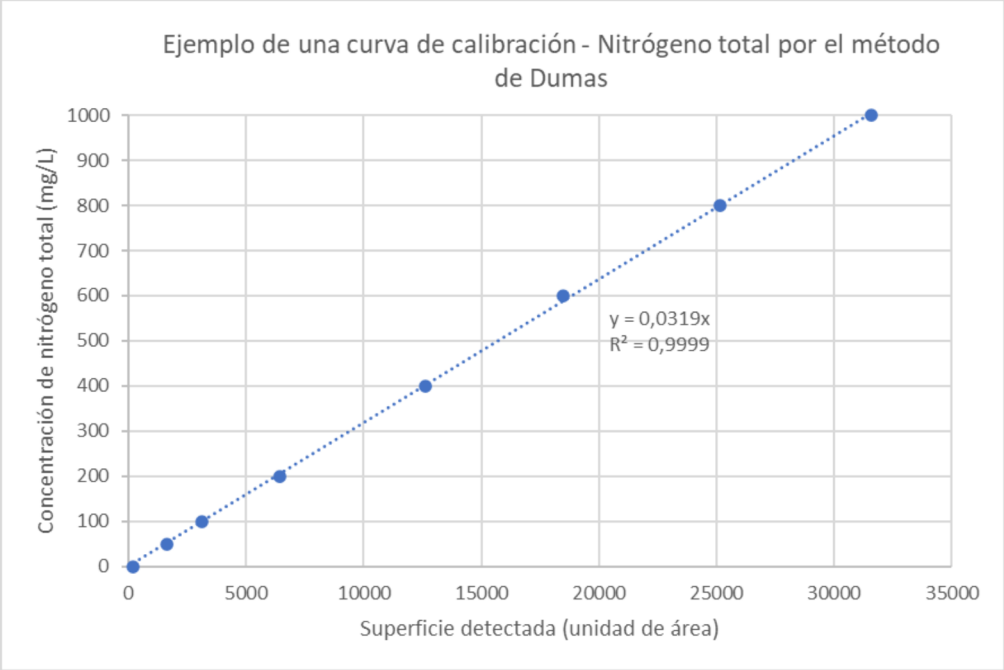
6. Procedimiento

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

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

Certificado conforme Ensenada, 4 de noviembre de 2022
El Director General de la OIV
Secretario de la Asamblea General
Pau ROCA

© OIV 2022



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

Certificado conforme Ensenada, 4 de noviembre de 2022
El Director General de la OIV
Secretario de la Asamblea General
Pau ROCA

© OIV 2022

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.

Certificado conforme Ensenada, 4 de noviembre de 2022
El Director General de la OIV
Secretario de la Asamblea General
Pau ROCA

© OIV 2022