# RESOLUTION OIV-OENO 683-2022

# MISE A JOUR DE LA METHODE OIV-MA-AS323-02B – Quantification de l'azote total selon la méthode de Dumas (mouts et vins)

*AVERTISSEMENT : Ce projet de résolution modifie la résolution suivante :*
*- OENO 13/2002*

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 les performances de la méthode,

DÉCIDE de modifier la résolution OENO 13/2002 et par conséquant la méthode OIV-MA-AS323-02B de l'annexe A du Recueil des méthodes internationales d'analyse des vins et des moûts en introduisant les modifications suivantes :

**Méthode OIV-MA-AS323-02B**

**Méthode Type IV**

# MISE A JOUR DE LA METHODE OIV-MA-AS323-02B

## Quantification de l'azote total selon la méthode de Dumas (moûts et vins)

**(Résolution OENO 13/2002)**

## 1. Domaine d'application

La présente méthode s'applique à l'analyse de l'azote total des moûts et des vins jusqu'à
1000 mg/L.



Exemplaire certifié conforme Ensenada, 4 novembre 2022
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Pau ROCA

© OIV 2022

## 2. Principe

L'analyse de l'azote total se trouvant dans une matrice organique peut-être réalisée par la méthode de Dumas. Celle-ci consiste en une combustion totale de la matrice sous oxygène à une température supérieure à 900°C, suivie d'une oxydation complémentaire. Les oxydes d'azote sont ensuite réduits en diazote, qui est quantifié à l'aide d'un détecteur thermo conductif (catharomètre) après élimination des autres oxydes, des traces d'eau et du dioxyde de carbone.

La nature et le positionnement des pièges varie selon le type de matériel.

## 3. Réactifs et produits

### 3.1. Azote (qualité technique) ;

### 3.2. Hélium de haute pureté pour la GC (par exemple H2O $\leq$ 3 ppm ; O2 $\leq$ 2 ppm ; CnHm $\leq$ 1 ppm ; N2 $\leq$ 5 ppm) ;

### 3.3. Oxygène de haute pureté pour la GC (par exemple H2O $\leq$ 3 ppm ; Ar $\leq$ 3 ppm ; CnHm $\leq$ 0,2 ppm ; N2 $\leq$ 5 ppm) ;

### 3.4. Eau déminéralisée (par exemple ISO 3696 type I ou type HPLC) ;

### 3.5. Oxydant (par exemple oxyde de cuivre [1317-38-0], sesquioxyde de chrome [1308-38-9] ou oxyde cobalto-cobaltique argenté [1308-06-1]) ;

### 3.6. Réducteur (par exemple cuivre [7440-50-8]) ;

### 3.7. Déshydratants (par exemple hydroxyde de sodium sur silice ou en mélange en cristaux avec du quartz [1310-73-2], perchlorate de magnésium anhydre [10034-81-8] ou sulfate de calcium [7778-18-9]) ;

### 3.8. Produit pour gamme étalon (par exemple tris(hydroxyméthyl)aminomethane [77-86-1] ou atropine [51-55-8]) ;



Exemplaire certifié conforme Ensenada, 4 novembre 2022
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Pau ROCA

© OIV 2022

### 3.9. Contrôle qualité interne (par exemple chlorhydrate d'acide glutamique [138-15-8], ou échantillon issu d'un programme d'intercomparaison entre laboratoires).

## 4. Appareillage

### 4.1. Centrifugeuse ;

### 4.2. Bain à ultrasons ;

### 4.3. Analyseur d'azote éventuellement équipé d'un passeur d'échantillons ;

### 4.4. Balance de précision entre 0,5 mg et 30 g à ± 0,01 mg.

## 5. Echantillonnage

Si l'échantillon contient des quantités notables de dioxyde de carbone, réaliser un dégazage, par exemple par barbotage à l'azote (3.1) pendant 5 à 10 min ou à l'aide d'un bain à ultrasons (4.2). Les moûts sont centrifugés (4.1).

## 6. Mode opératoire

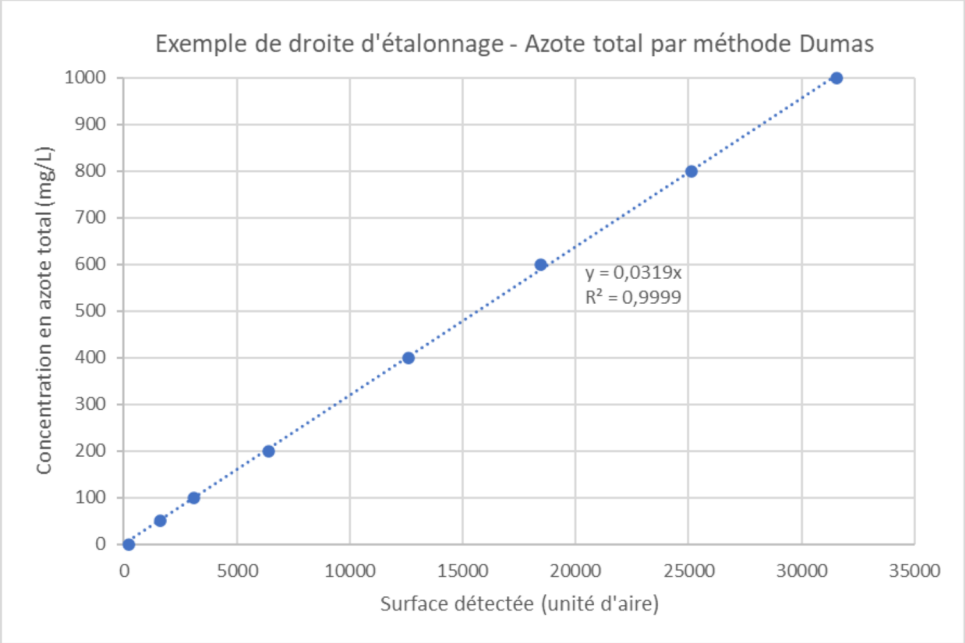
### 6.1. Préparation de la gamme étalon (à titre d'exemple)

A partir d'une solution à 1 g N/L, préparer des échantillons de TRIS (3.8) à 800, 500, 250, 100 et 50 mg N/L. La courbe étalon passe donc par 7 points, depuis un blanc jusqu'à la solution à 1 g N/L en suivant un modèle linéaire. Elle est enregistrée dans la méthode de l'appareil. Repasser l'étalon à 500 mg N/L en début de séquence analytique et à chaque fois que nécessaire pour ajuster l'appareil.



Exemplaire certifié conforme Ensenada, 4 novembre 2022
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Pau ROCA

© OIV 2022




## 6.2. Préparation des autocontrôles (à titre d'exemple)

Les autocontrôles sont passés régulièrement en début et au milieu d'une série d'analyses. Ils peuvent être réalisés à l'aide d'acide glutamique sous forme de chlorhydrate (3.9) utilisé sous forme de solutions à 150, 300 et 600 mg N/L dans de l'eau déminéralisée (3.4).

$$C_{acide\ glutamique} = \frac{M_{acide\ glutamique} \times C_N}{M_N}$$

Avec :

$C_{acide\ glutamique}$ la concentration d'acide glutamique dans la solution, exprimée en g/L ;

$C_N$ la concentration d'azote dans la solution, exprimée en g/L ;

$M_{acide\ glutamique}$ la masse molaire de l'acide glutamique. $M_{acide\ glutamique}$= 183,59 g/mol ;

$M_N$ la masse molaire de l'azote. $M_N$= 14,007 g/mol.

Peser (4.4) 7,864 g d'acide glutamique (3.9) et le diluer dans l'eau déminéralisée (3.4) pour obtenir 1L d'une solution à 600 mg N/L. Réaliser une dilution au demi en transférant 250 mL de cette solution et en ajoutant 250 mL d'eau déminéralisée, pour



Exemplaire certifié conforme Ensenada, 4 novembre 2022
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Pau ROCA

© OIV 2022

obtenir une solution à 300 mg N/L. Répéter l'opération avec 250 mL de la solution à 300 mg N/L dans 500 mL pour obtenir une solution à 150 mg N/L.

### 6.3. Préparation des échantillons

Peser (à 0,01 mg près) le volume défini pour l'analyse de moût ou vin avec la balance de précision (4.4). Les placer sur l'appareil en attente d'analyse.

### 6.4. Analyse des échantillons

Effectuer l'analyse des étalons et des échantillons selon les instructions du constructeur de l'appareil.

## 7. Expression des résultats

Ils sont exprimés en mg/L d'azote sans chiffre significatif après la virgule.

**8. Fidélité**

| nombre de laboratoires | teneur moyenne | Répétabilité r | Reproductibilité R |
|---|---|---|---|
| 11 | 591 mg/L | 43 mg/L | 153 mg/L |

## 9. Bibliographie


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: Eau pour laboratoire à usage analytique - Spécification et méthodes d'essai.
4. Manuel d'utilisation du constructeur de l'appareil, ou équivalent.




Exemplaire certifié conforme Ensenada, 4 novembre 2022
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Pau ROCA

© OIV 2022