RISOLUZIONE OIV-OENO 683-2022

AGGIORNAMENTO DEL METODO OIV-MA-AS323-02B – Quantificazione dell'azoto totale secondo il metodo di Dumas (mosti e vini)

AVVERTENZA: Questa risoluzione modifica la risoluzione seguente:
- OENO 13-2002

L'ASSEMBLEA GENERALE,

VISTO l'articolo 2, paragrafo 2 iv dell'Accordo del 3 aprile 2001 che istituisce l'Organizzazione internazionale della vigna e del vino,

SU PROPOSTA dalla Sottocommissione "Metodi di analisi",

CONSIDERATO che le modifiche proposte sono tali da migliorare l'efficacia del metodo,

DECIDE di modificare la risoluzione OENO 13/2002 e di conseguenza il metodo OIV-MA-AS323-02B dell'allegato A della *Raccolta dei metodi internazionali di analisi dei vini e dei mosti* introducendo le modifiche seguenti:

Metodo OIV-MA-AS323-02B

Metodo di Tipo IV

AGGIORNAMENTO DEL METODO OIV-MA-AS323-02B

Quantificazione dell'azoto totale secondo il metodo di Dumas (mosti e vini)

(Risoluzione OENO 13/2002)

1. Campo di applicazione

Il presente metodo si applica all'analisi dell'azoto totale dei mosti e dei vini fino a 1000 mg/L.

Esemplare certificato conforme Ensenada, 4 novembre 2022
Il Direttore Generale dell'OIV
Segretario dell'Assemblea Generale
Pau ROCA

© OIV 2022

2. Principio

L'analisi dell'azoto totale presente in una matrice organica può essere effettuata con il metodo di Dumas. Questo metodo consiste nella combustione totale della matrice in presenza di ossigeno a una temperatura superiore ai 900°C, seguita da un'ulteriore ossidazione. Il diazoto derivato dalla successiva riduzione degli ossidi di azoto viene quantificato mediante un rilevatore a conducibilità termica (catarometro) dopo eliminazione degli altri ossidi, delle tracce di acqua e di diossido di carbonio.

La natura e la posizione delle trappole dipendono dal tipo di materiale.

3. Reagenti e prodotti

3.1. Azoto (qualità tecnica)

3.2. Elio ad alta purezza per GC (ad es. $H_2O \leq 3$ ppm, $O_2 \leq 2$ ppm, $C_nH_m \leq 1$ ppm, $N_2 \leq 5$ ppm)

3.3. Ossigeno ad alta purezza per GC (ad es. $H_2O \leq 3$ ppm, Ar ≤ 3 ppm, $C_nH_m \leq$ 0,2 ppm, $N_2 \leq 5$ ppm)

3.4. Acqua demineralizzata (ad es. di tipo I in base alla norma ISO 3696 o di grado HPLC)

3.5. Ossidante (ad es. ossido di rame [1317-38-0], sesquiossido di cromo [1308-38-9] o ossido cobaltoso-cobaltico in granuli argentati [1308-06-1])

3.6. Riduttore (ad es. rame [7440-50-8])

3.7. Disidratanti (ad es. idrossido di sodio su silice o in miscela cristallina con quarzo [1310-73-2], perclorato di magnesio anidro [10034-81-8] o solfato di calcio [7778-18-9])

3.8. Prodotto per la serie di soluzioni standard (ad es. tris(idrossimetil)amminometano [77-86-1] o atropina [51-55-8])

Esemplare certificato conforme Ensenada, 4 novembre 2022
Il Direttore Generale dell'OIV
Segretario dell'Assemblea Generale
Pau ROCA

© OIV 2022

3.9. Controllo interno di qualità (ad es. acido glutammico cloridrato [138-15-8] o campione derivato da un programma di confronto inter-laboratorio).

4. Strumentazione

4.1. Centrifuga

4.2. Bagno ad ultrasuoni

4.3. Analizzatore di azoto eventualmente dotato di campionatore automatico

4.4. Bilancia di precisione con una portata da 0,5 mg a 30 g ± 0,01 mg.

5. Campionamento

Se il campione contiene notevoli quantità di biossido di carbonio, effettuare una degassificazione, ad esempio gorgogliando con azoto (3.1) per 5-10 minuti o con un bagno ad ultrasuoni (4.2). Centrifugare i mosti (4.1).

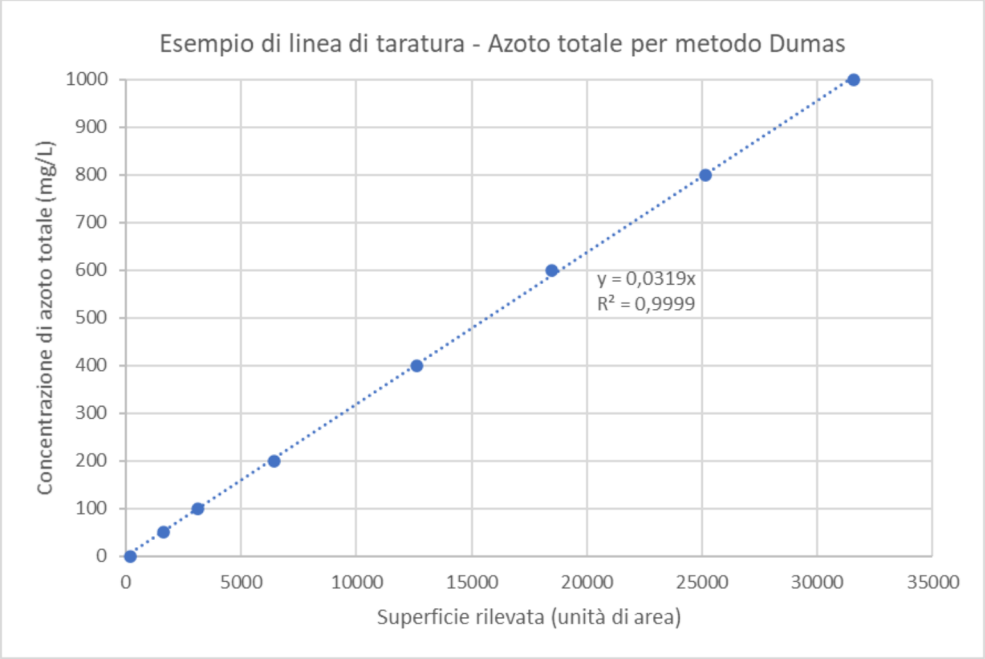
6. Procedimento

6.1. Preparazione della serie di soluzioni standard (a titolo di esempio)

A partire da una soluzione 1 g N/L, preparare dei campioni di TRIS (3.8) a una concentrazione di 800, 500, 250, 100 e 50 mg N/L. La curva di calibrazione passa dunque per 7 punti, dal bianco fino alla soluzione a 1 g N/L seguendo un modello lineare. È registrata nello strumento. Analizzare la soluzione standard a 500 mg N/L all'inizio di ogni sequenza analitica e ogniqualvolta ciò sia necessario per ricalibrare lo strumento.

Esemplare certificato conforme Ensenada, 4 novembre 2022
Il Direttore Generale dell'OIV
Segretario dell'Assemblea Generale
Pau ROCA

© OIV 2022



6.2. Preparazione degli autocontrolli (a titolo d'esempio)

Gli autocontrolli vengono caricati regolarmente all'inizio e e al centro di una serie di analisi. Possono essere effettuati con acido glutammico sotto forma di cloridrato (3.9) in soluzioni a una concentrazione di 150, 300 e 600 mg N/L in acqua demineralizzata (3.4).

$$C_{acido\ glutammico} = \frac{M_{acido\ glutammico} \times C_N}{M_{acido\ glutammico}}$$

Con :

$C_{acido\ glutammico}$ la concentrazione di acido glutammico nella soluzione, espressa in g/L ;

C_N la concentrazione di azoto nella soluzione, espressa in g/L ;

$M_{acido\ glutammico}$ la massa molare dell'acido glutammico. $M_{acido\ glutammico}$ = 183,59 g/mol ;

$M_{acido\ glutammico}$ la massa molare dell'azoto. M_N= 14,007 g/mol.

Per ottenere una soluzione di 600 mg N/L, pesare (4.4) 7,864 g di acido glutammico (3.9) e diluire in acqua demineralizzata (3.4) q.b. a 1 litro. Effettuare una diluizione a metà, trasferendo 250 mL di questa soluzione e aggiungendo 250 mL di acqua

Esemplare certificato conforme Ensenada, 4 novembre 2022
Il Direttore Generale dell'OIV
Segretario dell'Assemblea Generale
Pau ROCA

© OIV 2022

demineralizzata, per ottenere una soluzione a 300 mg N/L. Ripetere l'operazione con 250 mL della soluzione a 300 mg N/L in 500 mL per ottenere una soluzione a 150 mg N/L.

6.3. Preparazione dei campioni

Pesare (±0,01 mg) con la bilancia di precisione (4.4) la quantità stabilita di mosto o vino per l'analisi. Inserire nello strumento in attesa di effettuare l'analisi.

6.4. Analisi dei campioni

Eseguire l'analisi degli standard e dei campioni secondo le istruzioni del costruttore dello strumento.

7. Espressione dei risultati

I risultati vengono espressi in mg/L senza cifre significative dopo la virgola.

8. Precisione

numero di laboratori	concentrazione media	Ripetibilità r	Riproducibilità R
11	591 mg/L	43 mg/L	153 mg/L

9. Bibliografia

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: Acqua per uso di laboratorio analitico — Specifiche e metodi di prova.
4. Manuale d'uso del fabbricante dello strumento o equivalente.

Esemplare certificato conforme Ensenada, 4 novembre 2022
Il Direttore Generale dell'OIV
Segretario dell'Assemblea Generale
Pau ROCA

© OIV 2022