

## **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.

## 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,  $Ar \leq 3$  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])**

**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.**

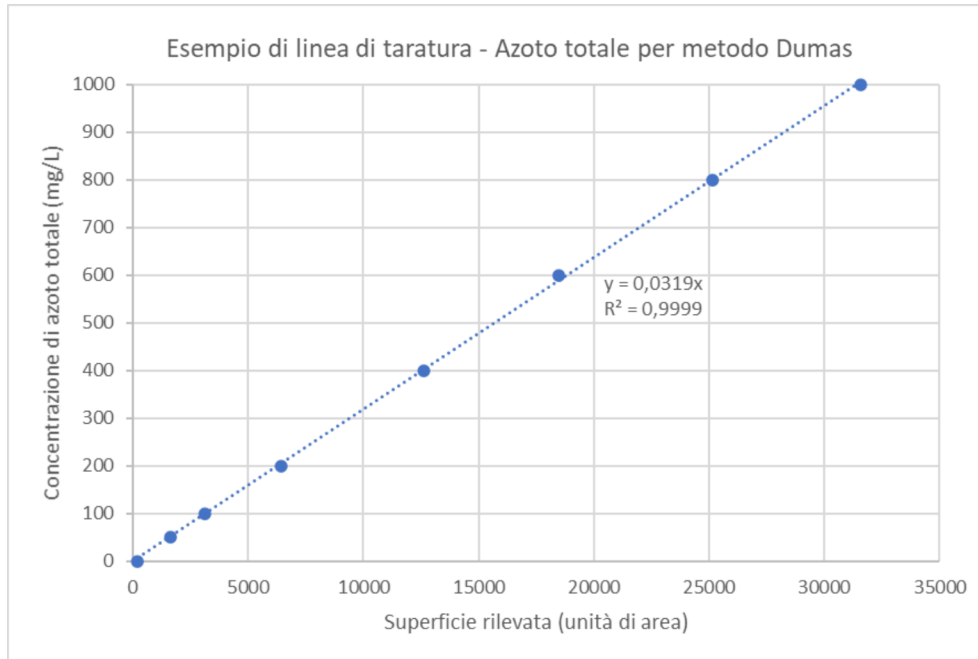
## **5. Campionamento**

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.



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

Gli autocontrolli vengono caricati regolarmente all'inizio 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).

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

Con :

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

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

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

$M_{\text{acido glutammico}}$  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

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 ( $\pm 0,01$  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.