

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.

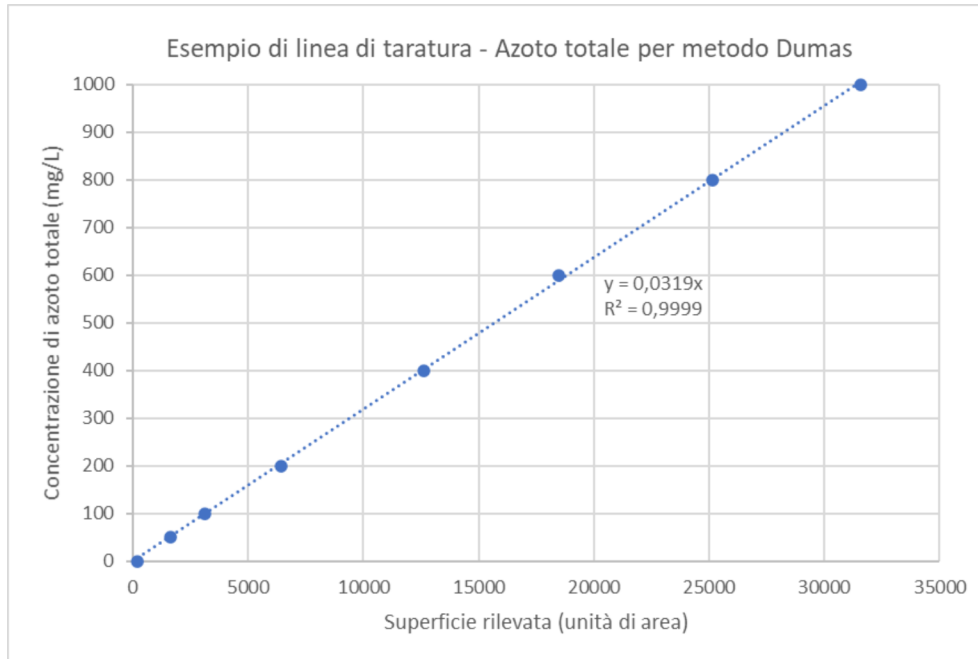
5. Campionamento

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.