



RESOLUTION OIV-OENO 644-2020

MONOGRAPHIE ÜBER CALCIUMSULFAT

DIE GENERALVERSAMMLUNG,

GESTÜTZT auf Artikel 2 Absatz 2 b) ii des Übereinkommens vom 3. April 2001 zur Gründung der internationalen Organisation für Rebe und Wein,

GESTÜTZT auf die Sitzungsarbeiten der Sachverständigengruppe „Spezifikationen önologischer Erzeugnisse“ vom März 2014,

GESTÜTZT auf das önologische Verfahren 2.1.3.1.1.1 CALCIUMSULFAT in Kapitel 2 „Moste“ (OIV-OENO 583-2017), das von der OIV bereits angenommen wurde,

BESCHLIESST auf Vorschlag der Kommission II „Önologie“, Kapitel I des Internationalen Önologischen Kodex durch folgende Monographie zu ergänzen:

MONOGRAPHIE ÜBER CALCIUMSULFAT

$CaSO_4 \times 2H_2O$ (Dihydrat)

CAS Number 10101-41-4

1. Ziel und anwendungsgebiet

Calciumsulfat wird für die Säuerung von Most bei der Herstellung von Likörweinen verwendet. Zugeseetztes Calciumsulfat reagiert mit den Tartrat-Ionen des Mostes, bildet unlösliches Calciumtartrat und gibt Sulfat-Ionen in den Most ab. Dies führt zu einer Veränderung des Ionengleichgewichts, wodurch Protonen freigesetzt werden und der pH-Wert gesenkt wird, ohne dass der titrierbare Säuregehalt erhöht wird.

2. Kennzeichnung

Das Etikett sollte Angaben über die Art des Calciumsulfats, die Partie-Nummer und die Lager- und Sicherheitsbedingungen enthalten.

3. Stöchiometrische zusammensetzung

$CaSO_4$: 79,1 %

H_2O : 20,9 %

4. Eigenschaften

Calciumsulfat-Dihydrat liegt in Form eines weißen amorphen Pulvers vor. Es darf nicht mit der wasserfreien Form verwechselt werden, die stark hygroskopisch ist und sich in Kontakt mit Most absetzt.

5. Löslichkeit

Schwach löslich in Wasser und löslich in Salz -, Schwefel- und Salpetersäurelösung.

6. Tests

6.1. Trocknungsverlust

Freies Wasser: 50 g Calciumsulfat in eine Schale einwiegen. Bei 40 °C im Trockenschrank bis zur Gewichtskonstanz trocknen lassen. Der Gewichtsverlust sollte nicht mehr als 2 % betragen.

Freies und gebundenes Wasser: Eine andere Probe in den Trockenschrank stellen und 4 Stunden bei 200 °C trocknen lassen. Der gesamte Gewichtsverlust sollte 23 % nicht überschreiten.

6.2. Vorbereitung der Versuchslösung

10 g Calciumsulfat in einen luftdicht verschließbaren 500 ml-Erlenmeyerkolben einwiegen, 200 ml Weinsäurelösung (5 g/L) zugeben und den pH-Wert mit HCl (0,1 N) auf 3 einstellen. Auf einen Magnetrührer stellen und eine Stunde bei $20 \pm 2^\circ\text{C}$ rühren. Absetzen lassen und filtrieren, wobei die ersten 50 ml des Filtrats verworfen werden. Es sind mindestens 100 ml klare Flüssigkeit aufzufangen.

6.3. Blei

Der Bleigehalt der Versuchslösung (6.2) wird nach der in der Methodensammlung beschriebenen Technik bestimmt. Er muss weniger als 2 mg/kg betragen.

6.4. Quecksilber

Der Quecksilbergehalt der Versuchslösung (6.2) wird nach der in der Methodensammlung beschriebenen Technik bestimmt. Er muss weniger als 1 mg/kg betragen.

6.5. Arsen

Der Arsengehalt der Versuchslösung (6.2) wird nach der in der Methodensammlung beschriebenen Technik bestimmt. Er muss weniger als 3 mg/kg betragen.

6.6. Eisen

Der Eisengehalt der Versuchslösung (6.2) wird nach der in der Methodensammlung beschriebenen Technik bestimmt. Er muss weniger als 200 mg/kg betragen.

6.7. Quantitative Analyse

Es können alle in der Methodensammlung angeführten Analysemethoden angewendet werden. Bei Anwendung der gravimetrischen Methode OIV-MA-AS321-05A ist wie folgt vorzugehen: 0,25 g der bei 40 °C getrockneten Probe auf 1 mg genau abwägen und in 10 mL 1 M HCl lösen. 5 mL dieser Lösung mit 0,5 mL 2M HCl und 1,5 mL BaCl₂-Lösung (400 g/L) versetzen. Mit einem Glasstab umrühren, den Stab mit etwas destilliertem Wasser abspülen. Die Lösung 5 Minuten stehen lassen, dann 5 Minuten bei 3.000 U/min zentrifugieren und den Überstand vorsichtig dekantieren. Den Bariumsulfat-Niederschlag wie folgt auswaschen: 10 ml 2 M Salzsäure hinzufügen, den Niederschlag aufrühren und 5 Minuten bei 3.000 U/min zentrifugieren. Den Überstand vorsichtig abgießen. Das Auswaschen wird zweimal unter den gleichen Bedingungen mit jeweils 15 ml destilliertem Wasser wiederholt. Den Niederschlag durch Spülen mit destilliertem Wasser quantitativ in eine gewogene Platinschale überführen und auf dem Wasserbad bei 100 °C zur Trockne eindampfen. Der getrocknete Niederschlag wird durch mehrmaliges kurzes Glühen über offener Flamme weiß geglüht, im Exsikkator abgekühlt und gewogen.

Berechnungen

Gehalt an Calciumsulfat-Dihydrat im Produkt (%) = $p \times 0,59021$

wobei p das gemessene Gewicht von BaSO₄ in mg ist

Wird eine andere Analysemethode der Methodensammlung angewendet, um die für die quantitative Analyse hergestellte Ausgangslösung zu analysieren:

Gehalt an Calciumsulfat-Dihydrat im Produkt (%) = $c \times 3,9522 \cdot 10^{-3}$

wobei C die Sulfatkonzentration in mg/L K₂SO₄ ist

Das önologische Erzeugnis muss mindestens 90 Prozent Calciumsulfat erhalten.

7. Lagerung

Calciumsulfat sollte in luftdicht verschlossenen Behältnissen und fern von flüchtigen Elementen aufbewahrt werden, die es adsorbieren könnte.