

RESOLUTION OIV-OENO 617-2019

AKTUALISIERUNG DER MONOGRAPHIE ÜBER KOLLOIDALES SILICIUMDIOXID UND DER ENTSPRECHENDEN SPEZIFIKATIONEN DES INTERNATIONALEN KODEX DER ÖNOLOGISCHEN PRAXIS

*HINWEIS: Durch die vorliegende Resolution wird folgende Resolution aufgehoben:
- OIV-OENO 44-2000*

DIE GENERALVERSAMMLUNG,

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

GESTÜTZT auf die Arbeiten der Sachverständigengruppe „Spezifikationen önologischer Erzeugnisse“,

BESCHLIESST, parallel zu den für die Monographie COEI-1-DIOSIL des Internationalen Önologischen Kodex vorgeschlagenen Änderungen, die Spezifikationen 2.1.10, 2.3.7, 3.2.1 und 3.2.4 des Internationalen Kodex der Önologischen Praxis zu ändern,

BESCHLIESST, in der Monographie COEI-1-DIOSIL des Internationalen Önologischen Kodex die folgenden Änderungen vorzunehmen:

SILICIUMDIOXID IN KOLLOIDALER LÖSUNG, IN WÄSSRIGER DISPERSION ODER IN FORM VON TROCKENPULVER

1. Ziel, ursprung und anwendungsgebiet

Kolloidale Siliciumdioxidlösungen sind wässrige Dispersionen von Siliciumdioxid-Partikeln, die an der Oberfläche hydroxyliert und daher negativ geladen sind.

Kieselgel ist getrocknetes Siliciumdioxid-Pulver.

Die Präparate werden bei der Klärung von Wein in Verbindung mit proteinhaltigen Schönungsmitteln eingesetzt.

2. Kennzeichnung

Auf dem Etikett sollten die Siliciumdioxid-Konzentration (bei Lösungen) sowie die Sicherheits- und Aufbewahrungsbedingungen angegeben werden.

3. Merkmale

Je nach Art der Herstellung werden saure oder alkalische Lösungen gewonnen, die Natriumionen, ausgedrückt als Na_2O , enthalten. Am häufigsten werden alkalische Lösungen verwendet.

Kolloidale Siliciumdioxidlösungen enthalten keine organischen Verbindungen.

Ihre Konzentration wird durch Trocknung bei $110\text{ }^\circ\text{C}$ bestimmt und beträgt mindestens 15 % (m/m) und am häufigsten zwischen 15 und 30 %.

Die Dichte von kolloidalen Siliciumdioxidlösungen bei $20\text{ }^\circ\text{C}$ ($\rho_{20\text{ }^\circ\text{C}}$) ergibt sich in Abhängigkeit von der Konzentration C (m/m) aus der folgenden Gleichung:

$$\rho_{20^\circ\text{C}} = \rho_{20^\circ\text{C}}(\text{water}) \times 1/(1-0.0056C)$$
$$\rho_{20^\circ\text{C}}(\text{water}) = \text{density of water at } 20\text{ }^\circ\text{C} = 0.998203.$$

Die Präparate sind in Form von opalisierenden oder milchigen Flüssigkeiten mit leicht bläulichem Schimmer oder in Form von Gel erhältlich.

Getrocknetes Kieselgel ist als weißes, frei fließendes Pulver erhältlich.

4. Tests

4.1. Die Lösung oder das Pulver sollten keinen unangenehmen Geruch oder Geschmack aufweisen.

4.2. pH

Je nach Herstellungsmethode und abhängig davon, ob saure oder alkalische Lösungen verwendet werden, sollte der pH-Wert zwischen 3 und 4 oder zwischen 8 und 10,5 betragen.

Der pH-Wert von Siliciumdioxid-Pulver in wässriger Lösung (10 %) sollte zwischen 5,0 und 7,5 betragen.

4.3. Siliciumdioxid-Konzentration (Trockenextrakt, 110 °C)

Das Gewicht P des Trockenrückstands angegeben in g pro 100 g kolloidaler Lösung sollte der Konzentration des Produkts ($\pm 0,5$ g) entsprechen.

Für das Pulver wird der Trocknungsverlust durch vierstündige Trocknung bei 110°C bestimmt. Der Gewichtsverlust sollte nicht mehr als 12 % des Ausgangsgewichts betragen. Die Konzentration von Siliziumdioxid im Pulver sollte nach der Trocknung mehr als 98 % betragen.

4.4. Alkalität

Bei alkalischen kolloidalen Lösungen wird die Alkalität von 5 g Probe mit 0,1 M Salzsäure (R) und 2 Tropfen Methylorangefärbung (R) bestimmt. Die Alkalität ausgedrückt als Na₂O für 100 g Produkt sollte niedriger als P/100 sein.

4.5. Herstellung der Versuchslösungen

Kolloidale Siliciumdioxidlösung entsprechend 10 g Trockenextrakt oder 10 g getrocknetem Siliciumdioxidpulver in eine Platinschale von 7 cm Durchmesser und 2,5 cm Höhe geben und durch Verdampfen trocknen. Nach dem Abkühlen in 5 ml Fluorwasserstoffsäure aufnehmen und durch Verdampfen trocknen. Dieser Vorgang wird wiederholt, bis der Siliziumdioxid-Rückstand beseitigt ist. Durch Verdampfen trocknen, in 2 ml konzentrierter Salzsäure (R) aufnehmen und durch Verdampfen trocknen. 2 ml konzentrierte Salzsäure (R) zugeben, in einem 50 ml Messkolben dekantieren und mit destilliertem Wasser zur Marke auffüllen. Die Sicherheitsvorschriften für konzentrierte Säuren sind zu beachten.

4.6. Schwermetalle

Zu 5 ml der gemäß Ziffer 4.5 hergestellten Versuchslösung werden 5 ml Wasser, 2 ml Pufferlösung (R) mit einem pH-Wert von 3,5 und 1,2 ml Thioacetamid (R) gegeben.

Es sollte keine Fällung auftreten. Bei Auftreten einer Färbung sollte diese weniger intensiv sein als die der Kontrolllösung, die wie im Anhang beschrieben hergestellt und auf 25 ml aufgefüllt wird.

Der Gehalt an Schwermetallen, ausgedrückt als Blei im Trockenextrakt, muss weniger als 10 mg/kg betragen.

4.7. Blei

Der Bleigehalt der Versuchslösung (4.5) wird nach der in der Sammlung internationaler Analysemethoden für Wein und Most der OIV beschriebenen Technik

bestimmt.

Der Bleigehalt muss weniger als 5 mg/kg betragen.

4.8. Quecksilber

Der Quecksilbergehalt der Versuchslösung (4.5) wird nach der im Anhang beschriebenen Technik bestimmt.

Er muss weniger als 1 mg/kg betragen.

4.9. Arsen

Der Arsengehalt der Versuchslösung (4.5) wird nach der im Anhang beschriebenen Technik bestimmt.

Er muss weniger als 3 mg/kg betragen.

4.10. Methanol

50 ml kolloidale Siliciumdioxid-Lösung in einen 200 ml Kolben geben. 50 ml destillieren und das Destillat auffangen.

1 ml Destillat mit 4 Tropfen Orthophosphorsäure (R), 50 % (m/m) und 4 Tropfen Kaliumpermanganatlösung (R), 5 % (m/v) in ein Reagenzglas geben. Rühren und 10 Minuten absetzen lassen. Das Permanganat mit einigen Tropfen (gewöhnlich 8) einer Lösung von wasserfreiem Kaliumsulfid (R), 2 % (m/v) entfärben und dabei Überschuss vermeiden. 5 ml Chromotropschwefelsäure (R) zugeben. 20 Minuten in ein Wasserbad (70 °C) stellen. Es sollte keine violette Färbung auftreten.

4.11. Formaldehyd

10 ml Destillat (4.10) in ein Reagenzglas geben, 1 ml Rosanilinchlorhydrat zugeben, mit Schwefelsäure (R) bleichen. Es sollte keine rosa Färbung auftreten.

4.12. Mittlere (d₅₀) und Mindestpartikelgröße:

Die mittlere Partikelgröße von Siliciumdioxidpulver sollte nach Dispergieren in demineralisiertem Wasser zwischen 10 und 100 µm betragen (Messung anhand eines Laser-Partikelmessgeräts). Die Mindestpartikelgröße sollte mehr als 1 µm betragen.

4.13. Spezifische Oberfläche (nach BET-Methode)

Die BET-Oberfläche von Siliciumdioxidpulver wird durch Bestimmung der spezifischen Oberfläche von Feststoffen mittels Gasadsorption nach ISO 9277:2010 gemessen.

Die spezifische Oberfläche (BET) von Siliciumdioxid sollte zwischen 300 – 500 m²/g betragen.

5. Aufbewahrung

Kolloidale Siliciumdioxid-Lösungen sollten in luftdicht verschlossenen Behältnissen frei von Verunreinigungen und bei Temperaturen über 0 °C gelagert werden (das Produkt friert bei 0 °C mit irreversibler Ausfällung des Siliciumdioxids).

Siliciumdioxid sollte in verschlossenen Beuteln oder Kartons geschützt vor Fremdgerüchen und Feuchtigkeit aufbewahrt werden.