RÉSOLUTION OIV-OENO 617-2019

MISE A JOUR DE LA MONOGRAPHIE SUR LES SOLUTIONS COLLOÏDALES DE DIOXYDE DE SILICIUM ET DES FICHES PERTINENTES DANS LE CODE INTERNATIONAL DES PRATIQUES ŒNOLOGIQUES

AVERTISSEMENT : cette résolution abroge la résolution suivante :
- OENO 44/2000

L'ASSEMBLÉE GÉNÉRALE,

VU l'article 2, paragraphe 2 ii de l'Accord du 3 avril 2001 portant création de l'Organisation internationale de la vigne et du vin,

CONSIDERANT les travaux du groupe d'experts « Spécification des produits œnologiques »,

DECIDE, conjointement aux modifications proposées de la monographie COEI-1-DIOSIL du Codex œnologique international, de modifier la fiche pertinente du Code international des pratiques œnologiques, et concretement les fiches suivantes : 2.1.10, 2.3.7, 3.2.1, 3.2.4,

DECIDE de remplacer la monographie COEI-1-DIOSIL du Codex œnologique international avec les modifications suivantes :

DIOXYDE DE SILICIUM EN SOLUTION COLLOÏDALE, EN DISPERSION AQUEUSE OU SOUS FORME DE POUDRE SÈCHE

1. Objet, origine et domaine d'application

Les solutions colloïdales de dioxyde de silicium sont des dispersions aqueuses de particules de dioxyde de silicium hydroxylées en surface et donc chargées négativement.

Le gel de silice correspond au dioxyde de silicium sous forme de poudre sèche.

Ces préparations sont utilisées pour la clarification des vins et sont associées à des clarifiants de nature protéique.

Exemplaire certifié conforme Genève, 19 juillet 2019
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Pau ROCA

© OIV 2019

2. Étiquetage

L'étiquette doit mentionner la concentration en dioxyde de silicium (pour les solutions) et les conditions de sécurité et de conservation.

3. Caractères

Selon leur mode de préparation, on obtient des solutions acides ou des solutions alcalines contenant des ions sodium exprimés en Na_2O; les plus utilisées sont les solutions alcalines.

Les solutions colloïdales de dioxyde de silicium sont exemptes de tout composé organique.

Leur concentration, déterminée par dessiccation à 110 °C, est toujours supérieure ou égale à 15 % (m/m), et le plus souvent comprise entre 15 et 30 %.

La masse volumique à 20 °C, □20 °C, des solutions colloïdales de dioxyde de silicium est donnée en fonction de la concentration C (m/m) par la relation :

ρ20 °C = ρ20 °C (eau) × 1/1 – 0,0056 C

ρ20 °C (eau) = masse volumique de l'eau à 20 °C = 0,998203.

Ces préparations sont commercialisées sous forme de liquides opalescents ou laiteux à reflets légèrement bleuâtres, ou sous forme de gel.

Le gel de silice sec est commercialisé sous la forme d'une poudre blanche à écoulement libre.

4. Essais

4.1. La solution ou la poudre doit être sans odeur ou goût désagréable.

4.2. pH

En fonction du mode d'obtention, et selon qu'il s'agit de solutions acides ou de solutions alcalines, il doit être compris entre 3 et 4 ou entre 8 et 10,5.

Le pH de la poudre de dioxyde de silicium doit être compris entre 5,0 et 7,5 dans une solution aqueuse à 10 %.

4.3. Concentration en dioxyde de silicium (extrait sec à 110 °C)

Le poids du résidu sec P exprimé en g pour 100 g de solution colloïdale doit

Exemplaire certifié conforme Genève, 19 juillet 2019
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Pau ROCA

© OIV 2019

correspondre à $\pm$ 0,5 g près à la concentration du produit.

Pour la poudre, la perte à la dessication est déterminée par séchage à 110 °C pendant 4 heures. La perte de poids ne doit pas être supérieure à 12 % du poids initial. La concentration en dioxyde de silicium dans la poudre sèche après dessication doit être supérieure à 98 %.

4.4. Alcalinité

Pour les solutions colloïdales alcalines, déterminer l'alcalinité sur une prise d'essai de 5 g par l'acide chlorhydrique 0,1 M (R) en présence de 2 gouttes de solution de méthylorange (R). L'alcalinité exprimée en Na_2O pour 100 g de produit doit être inférieure à P/100.

4.5. Préparation de la solution pour essais

Placer un volume de solution colloïdale de dioxyde de silicium correspondant à 10 g d'extrait sec ou à 10 g de poudre sèche de dioxyde de silicium dans une capsule de platine de 7 cm de diamètre et 2,5 cm de haut et évaporer à sec. Reprendre après refroidissement par 5 mL d'acide fluorhydrique. Évaporer à sec. Répéter cette opération jusqu'à élimination du résidu de dioxyde de silicium. Évaporer à sec. Reprendre par 2 mL d'acide chlorhydrique concentré (R) et évaporer à sec. Ajouter 2 mL d'acide chlorhydrique concentré (R), transvaser dans une fiole jaugée de 50 mL et porter au trait avec de l'eau distillée. Les directives de sécurité applicables à l'utilisation d'acides concentrés doivent être respectées.

4.6. Métaux lourds

À 5 mL de la solution préparée pour essais (4.5), ajouter 5 mL d'eau, 2 mL de solution tampon pH 3,5 (R) et 1,2 mL de réactif au thioacétamide (R).

Aucun précipité ne doit se produire. Si une coloration apparaît, elle doit être moins intense que celle présentée par un témoin préparé conformément aux indications de l'annexe et porté à 25 mL.

La teneur en métaux lourds, rapportée à l'extrait sec et exprimée en plomb, doit être inférieure à 10 mg/kg.

4.7. Plomb

Sur la solution préparée pour essais (4.5), doser le plomb selon la méthode décrite dans le Recueil des méthodes internationales d'analyse des vins et des moûts de l'OIV.

La teneur en plomb doit être inférieure à 5 mg/kg.

Exemplaire certifié conforme Genève, 19 juillet 2019
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Pau ROCA

© OIV 2019

4.8. Mercure

Sur la solution préparée pour essais (4.5), doser le mercure selon la méthode décrite en annexe.

La teneur en mercure doit être inférieure à 1 mg/kg.

4.9. Arsenic

Sur la solution préparée pour essais (4.5), doser l'arsenic selon la méthode décrite en annexe.

La teneur en arsenic doit être inférieure à 3 mg/kg.

4.10. Méthanol

Dans un ballon de 200 mL, introduire 50 mL de la solution colloïdale de dioxyde de silicium. Distiller et recueillir 50 mL de distillat.

Dans un tube à essai, placer 1 mL de distillat, 4 gouttes d'acide orthophosphorique à 50 % (m/m) (R), 4 gouttes de solution de permanganate de potassium à 5 % (m/v) (R), agiter et laisser au repos 10 minutes. Décolorer le permanganate par quelques gouttes (huit en général) de solution à 2 % (m/v) d'anhydrosulfite de potassium (R), en évitant tout excès. Ajouter 5 mL de solution sulfurique d'acide chromotropique (R). Placer dans un bain d'eau à 70 °C pendant 20 minutes. Aucune coloration violette ne devrait apparaître.

4.11. Formaldéhyde

Dans un tube à essai, placer 10 mL du distillat obtenu au point 4.10. Ajouter 1 mL de solution de chlorhydrate de rosaniline décolorée par l'acide sulfurique (R). Aucune coloration rose ne devrait apparaitre.

4.12. Taille moyenne (d50) et minimale des particules

La taille moyenne des particules de la poudre de dioxyde de silicium doit être comprise entre 10 et 100 μm, mesurée au moyen d'un granulomètre à diffraction laser après dispersion dans de l'eau déminéralisée. La taille minimale des particules doit être supérieure à 1 μm.

4.13. Surface spécifique (selon la méthode BET)

La surface BET de la poudre de dioxyde de silicium est mesurée par détermination de la surface spécifique de la matière solide par adsorption de gaz selon la norme ISO

Exemplaire certifié conforme Genève, 19 juillet 2019
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Pau ROCA

© OIV 2019

9277:2010.

La surface spécifique (BET) de la poudre de dioxyde de silicium doit être comprise entre 300 et 500 m^2/g.

5. Conservation

Les solutions colloïdales de dioxyde de silicium doivent être conservées dans des récipients hermétiquement clos à l'abri des contaminations et à des températures supérieures à 0 °C (le produit gèle à 0 °C, entraînant une précipitation irréversible du dioxyde de silicium).

La poudre de dioxyde de silicium doit être stockée dans des sacs ou récipients étanches, à l'abri des odeurs et de l'humidité.

Exemplaire certifié conforme Genève, 19 juillet 2019
Le Directeur Général de l'OIV
Secrétaire de l'Assemblée Générale
Pau ROCA

© OIV 2019