

Prüfung von Textilien
**Bestimmung der Harnstoff/Bisulfit-Löslichkeit
von Wolle**

DIN
54 279

Testing of textiles; determination of the solubility of wool in urea/bisulphite solution
Essai des textiles; détermination de la solubilité de la laine dans une solution d'urée/bisulfite

Die Angabe % bedeutet in dieser Norm Gewichts-Prozent (Massengehalt in %).

1 Zweck und Anwendungsbereich

Das Prüfverfahren nach dieser Norm dient zur Bestimmung der Löslichkeit von Wolle in einer Harnstoff/Bisulfit-Lösung, die einen Hinweis für das Ausmaß von Veränderungen ihrer chemischen Eigenschaften gibt. Die Behandlung der Wolle in neutraler oder alkalischer Lösung sowie das Dämpfen unter neutralen oder alkalischen Bedingungen (Fixierprozesse) und trockenes Erhitzen sowie das Einwirken von vernetzend wirkenden Reagenzien verursachen eine Abnahme der Harnstoff/Bisulfit-Löslichkeit (HBL) der Wolle, während sie durch oxidative Behandlung oder saures Färben der Wolle ansteigt. Die Änderung der Löslichkeit ist deshalb ein Maß für die Intensität dieser Behandlung.

Dieses Prüfverfahren ist für Wolle in jedem Verarbeitungszustand anwendbar. Es eignet sich besonders gut dann, wenn eine unbehandelte Vergleichsprobe zur Verfügung steht oder wenn die Art der Vorbehandlung der zu untersuchenden Wollprobe bekannt ist. Falls die Probe mit Reagenzien, die sich verschieden auf die Löslichkeit auswirken, vorbehandelt war, ist die Auswertung der Versuchsergebnisse schwierig und kann irreführend sein, selbst wenn eine unbehandelte Vergleichsprobe zur Verfügung steht.

Durch nicht entfernbare Spezialausrüstungen, z. B. mit Siliconen oder Fluorverbindungen, kann die Harnstoff/Bisulfit-Löslichkeit stark beeinflusst und die Bewertung der Ergebnisse unsicher werden.

2 Grundlage des Verfahrens

Eine Probe wird mit einer Harnstoff/Bisulfit-Lösung behandelt und der durch die Behandlung entstehende Gewichtsverlust, bezogen auf das Trockengewicht, bestimmt.

3 Geräte und Reagenzien

3.1 Geräte

- Allgemeine Laboratoriumsgeräte, ferner
- Wägegäler mit Verschlussstopfen, z. B. nach DIN 12 605
- Wägegäler von etwa 70 mm Höhe und 45 mm Durchmesser zum Wägen der Glasfiliertiegel mit behandelter Probe
- Glasfiliertiegel 1D1
- Exsikkator mit Blaugelfüllung

1) Reinheit des Lösemittels: Verdampfungsrückstand je 100 ml gleich oder weniger als 0,005 g

Soxhlet-Gerät

- Umlaufthermostat (Temperaturkonstanz des Wasserbades $\pm 0,5$ K)
- Wärmeschrank nach DIN 50 011
- pH-Meßgerät mit Glaselektrode (siehe auch DIN 19 261 und DIN 19 263)
- Analysenwaage

3.2 Reagenzien

- Harnstoff, zur Analyse
 - Natriumdisulfit ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_5$), reinst (früher als Natriumpyrosulfit oder Natriummetabisulfit bezeichnet)
 - Natronlauge, etwa 2 N zur Analyse
 - Dichlormethan (Methylenchlorid) 1)
- Die Harnstoff/Bisulfit-Lösung muß am Tage des Gebrauchs frisch bereitet werden und auf 100 ml 50 g Harnstoff und 3 g Natriumpyrosulfit enthalten. Der Harnstoff wird zusammen mit dem Natriumpyrosulfit bei möglichst geringer Erwärmung in destilliertem Wasser gelöst. Unter Verwendung eines pH-Meßgerätes mit Glaselektrode muß der pH-Wert der abgekühlten Lösung durch Zugabe von etwa 2 N Natronlauge auf den pH-Wert $7,0 \pm 0,1$ eingestellt werden. Die Spüllösung wird mit 25 g Harnstoff in 100 ml destilliertem Wasser hergestellt.

4 Probenahme und Probenvorbereitung

- Bei der Probenahme ist DIN 53 803 „Prüfung von Textilien; Probenahme, allgemeine Richtlinien“ zu beachten. Aus der zu untersuchenden Menge ist eine für die Gesamtheit repräsentative Probe von mindestens 10 g zu entnehmen für
 - 2 Proben von etwa je 1 g zur Bestimmung des Trockengewichtes,
 - 2 Proben von etwa je 1 g zur Bestimmung der Harnstoff/Bisulfit-Löslichkeit,
 - 2 Proben von etwa je 2 g zur Bestimmung des Säuregehaltes nach DIN 54 280.
- Zum Entfernen der in organischen Lösemitteln löslichen Anteile wird die Probe in einem Soxhlet-Gerät mit Dichlormethan 1 Stunde lang mit mindestens 6 Umläufen je Stunde extrahiert. Man läßt das Dichlormethan aus der Probe verdunsten und entfernt etwa vorkommende Fremdstoffe, wie Kletten, durch mechanisches Auslesen.

Fortsetzung Seite 2
Erläuterungen Seite 2

Fachnormenausschuß Materialprüfung (FNM) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V.
Textilnorm, Normenausschuß Textil und Textilmaschinen im DIN

Frühere Ausgaben: 11.67

Nachdruck, auch auszugsweise, nur mit Genehmigung des DIN Deutsches Institut für Normung e. V., Berlin, gestattet.

Änderung Januar 1977: Norm redaktionell überarbeitet, SI-Einheiten eingeführt.