

Zunächst eine Warnung: Die Herstellung von Glühstrümpfen erfordert den Umgang mit Chemikalien. Obwohl ich mich bemüht habe, eine Rezeptur auf Basis möglichst harmloser Rohstoffe auszuarbeiten, sollte man ein Mindestmaß an Vorsicht walten lassen: Auf keinen Fall in die Hände von Kindern gelangen lassen, getrennt von Lebensmitteln aufbewahren, nicht in der Küche damit arbeiten, Haut- und Augenkontakt vermeiden, Gummihandschuhe und Schutzbrille tragen. Bei der Arbeit sollte man auf absolute Sauberkeit achten, nicht nur aus Sicherheitsgründen: Spuren von Verunreinigungen (Eisen, Kupfer etc., auch Talkum von an sich empfehlenswerten Latex-Einweghandschuhen usw.) können die Leuchtkraft von Glühstrümpfen verschlechtern bis töten.

Zweite Warnung: Dies ist keine Bauanleitung. Es war nicht meine Absicht, meinen bescheidenen Bedarf an Glühstrümpfen in Zukunft selbst herzustellen. Mich interessierte, welche Geheimnisse die Glühstrümpfhersteller wohl haben mögen. Das Ergebnis sei vorweggenommen: Sie haben keine, jedenfalls keine, die sich nicht durch normale Entwicklungsarbeit (also endlose Reihenversuche!) herauskriegen ließen. Da ich weder die Zeit noch die Lust habe, diese endlosen Reihenversuche durchzuführen, kann ich im Folgenden nur beschreiben, wie ich Erfolg hatte und noch einige allgemeine Hinweise für eine evtl. Optimierung geben.

Im Prinzip ist die Herstellung von Glühstrümpfen einfach: Man tränkt ein saugfähiges textiles Gewebe geeigneter Form mit einer Lösung geeigneter Metallsalze und lässt trocknen.

Imprägnierlösung

Bis vor wenigen Jahren bestanden Glühstrümpfe in eingebrenntem Zustand aus 99,1 % Thoriumoxid und 0,9 % Ceroxid. Nachdem Thorium wegen seiner (geringen) Radioaktivität in Verruf geraten ist, verwenden professionelle Glühstrümpfhersteller heute Yttriumoxid.

Cer und Yttrium müssen in eine wasserlösliche Form gebracht werden. Professionelle Hersteller verwenden hierfür die Salpetersäuresalze (Nitrate) der genannten Metalle. Da der Umgang mit Salpetersäure nicht sehr angenehm ist und sie für den Hobbychemiker nicht immer einfach zu beschaffen ist, verwende ich an ihrer Stelle Essigsäure^{1,2)}.



Benötigte Chemikalien:

- Yttriumoxid 99,9 %
- Cer(IV)sulfat Tetrahydrat >98 %
- Destilliertes Wasser
- Essigsäure 25%

Als Bezugsquelle für Yttriumoxid und Cersulfat kommen die üblichen Lieferanten für Laborchemikalien wie z.B. Merck oder Aldrich in Frage, evtl. über einen örtlichen Chemikalienhändler. Ich habe die betreffenden Substanzen über einen Internet-Händler bezogen, der auf den Versand von Kleinmengen an Hobbychemiker spezialisiert ist. Destilliertes Wasser sollte kein Problem sein, und 25 %-ige Essigsäure der erforderlichen Reinheit ist, zumindest in Deutschland, in jedem Supermarkt unter der Bezeichnung „Essigessenz“ erhältlich.

Benötigte Geräte:

- Präzisionswaage, Genauigkeit mindestens +/- 0,1 g, besser +/- 0,01g
- Geeignetes Reaktionsgefäß aus Glas, z.B. Einmachglas 750 ml mit Gummidichtung und Kniehebelverschluss oder Glasflasche mit Kunststoffdeckel (Kein Metalldeckel!).
- Beheizbares Wasserbad, in das das Reaktionsgefäß bis über den Flüssigkeitsspiegel im Inneren eingehängt werden kann.

Wünschenswert:

Beheizbarer Magnetrührer mit Rührfisch

In das Reaktionsgefäß werden eingewogen:

- 10 g Yttriumoxid
- 0,4 g Cer(IV)sulfat Tetrahydrat
- 75 g Essigsäure 25 %
- 225 g Destilliertes Wasser

Das Reaktionsgefäß wird verschlossen und im kochenden Wasserbad erwärmt. Während des Aufheizens muss häufig umgeschwenkt werden, um ein Zusammenbacken des Bodensatzes zu verhindern. Während des Aufheizens baut sich im Reaktionsgefäß auf Grund der Wärmeausdehnung des Inhalts Druck auf. Bei Verwendung einer Flasche sollte der Überdruck durch gelegentliches Öffnen des Verschlusses abgelassen werden, damit sie nicht gesprengt wird; beim Einmachglas mit Kniehebelverschluss drückt der Überdruck den Deckel von selbst so weit auf, dass der Überdruck entweichen kann; trotzdem Vorsicht beim Umschwenken, dass keine Flüssigkeit mit nach außen gedrückt wird. Anschließend muß die Temperatur noch weitere 3 – 4 Stunden gehalten werden. Während dieser Zeit geht das Yttriumoxid in Lösung, der anfangs milchig trübe Inhalt wird fast klar, nur ein leichter, transparenter Bodensatz (Yttriumsulfat) darf zurückbleiben.

Nach Abkühlung auf Raumtemperatur ist die Imprägnierlösung fertig zur Verwendung. Sie kann auf Vorrat hergestellt werden; nach bisherigen Erfahrungen ist sie mindestens 9 Monate haltbar.

Diese Imprägnierlösung ist keineswegs optimal. Sie enthält wegen der begrenzten Wasserlöslichkeit von Yttriumacetat nur relativ wenig aktive Substanz; mit Salpetersäure sollten sich konzentriertere Lösungen herstellen lassen. Der verbleibende geringe Bodensatz sollte sich durch Verwendung von Cer(IV)ammoniumnitrat anstatt Cer(IV)sulfat vermeiden lassen, das jedoch schwieriger erhältlich ist. Experimente in dieser Richtung sollten nur Leute machen, die im Umgang mit derartigen Chemikalien geübt sind. Das Verhältnis von Cer zu Yttrium ist möglicherweise nicht optimal, möglicherweise ergibt sich bei etwas mehr oder etwas weniger Cer noch eine bessere Leuchtkraft. Ich habe das nicht überprüft, da mir das mit obiger Rezeptur erreichte Ergebnis ausreichte.

Glühstrumpfgewebe

Üblich ist bei professionellen Glühstrumpferstellern heute Viskose („Kunstseide“, „Rayon“). Das ist als Häkel- oder Strickgarn nur schwer erhältlich, daher verwenden Theodora und ich Baumwollgarn. Das ist nur zweite Wahl, da es weniger Imprägnierflüssigkeit aufnimmt als Viskose. Da außerdem die oben beschriebene Imprägnierflüssigkeit relativ dünn ist, ist ziemlich dickes Baumwollgarn nötig, um die für einen ausreichend stabilen Glühstrumpf erforderliche Menge an Metallsalzen aufnehmen zu können.



Für Glühstrümpfe der Größe 150 - 250 HK hat sich Baumwollgarn mit einer Lauflänge von ca. 250 m/50 g bewährt. Für einen Glühstrumpf, der auf einen Tonbrenner der Petromax 250 HK (Durchmesser 21,5 mm) passt, sollten ca. 60 Maschen aufgenommen werden, Nadeln 3,5 mm Durchmesser. Da sich relativ dicke Strümpfe ergeben ist es nicht möglich, wie bei serienmäßigen Glühstrümpfen einfach einen Schlauch zu stricken und ihn dann unten zuzubinden oder zu -nähen; sie müssen wie richtige Strümpfe in einer der endgültigen Form angenäherten Form gestrickt werden. Sie müssen etwas größer gestrickt werden als serienmäßige Socken, da sie später bei Inbetriebnahme etwas stärker schrumpfen.



Die Strümpfe müssen nach dem Stricken gründlich z.B. mit Handspülmittel und Wasser gewaschen werden, um aus dem Spinnprozess zurückgebliebene Verarbeitungshilfsmittel (Schmälzmittel), die die Saugfähigkeit der Baumwolle reduzieren, zu entfernen. Nach dem Waschen vollständig trocknen lassen.

Das Impägnieren...

...ist einfach: Die Strümpfe werden ein paar Minuten vollständig in die Imprägnierflüssigkeit eingetaucht, bis sie sich gründlich vollgesogen haben. Dann lässt man ein paar Minuten abtropfen (Nicht ausdrücken oder auswinden!) und stülpt sie anschließend zum Trocknen über einen geeigneten sauberen Gegenstand (Vorzugsweise aus Glas oder Kunststoff; kein Metall, kein saugfähiges Material wie z.B. Holz), z.B. über ein Likörglas oder einen Flaschenhals.



Zur Befestigung am Brenner ist dünner Draht (0,2 – 0,3 mm) aus Eisen oder rostfreiem Stahl geeignet (Kein Kupferdraht, schmilzt). Wegen der Dicke der Strümpfe ist die Befestigung kritisch; hier sollte mit Überlegung und Sorgfalt vorgegangen werden, damit einem beim Abflammen der Strumpf nicht vom Brennerwulst abrutscht.

Literatur:

C. K. Joergensen, Narrow Band Thermoluminescence (Candoluminescence) of Rare Earths in Auer Mantles, Structure and Bonding 25, Springer-Verlag Heidelberg, 1976, Seite 6.

Edita Garskaite, Darius Jasaitis, Aivaras Kareiva, Sol-Gel Preparation and electrical behaviour of Ln:YAG (Ln = Ce, Nd, Ho. ER), J.Serb.Chem.Soc 68(2003), Seite 677 ff.