

**Anorganisches Praktikum**  
**2. Semester**



**FH MÜNSTER**  
University of Applied Sciences



FB Chemieingenieurwesen  
Department of Chemical Engineering

**Fachbereich Chemieingenieurwesen**  
Labor für Anorganische Chemie  
und Angewandte Materialwissenschaft

# **Versuch V6**

(Version 02/2025)

## **Silikonchemie**

# Chemie des Siliciums

## 1. Silikonchemie



**Achtung !!!**  
*Informieren Sie sich vor Versuchsbeginn besonders  
Gefahren / Sicherheits- / Handhabungshinweise*

1. *Dichlordimethylsilan*

3. *Bei Arbeiten mit Vakuum Implosionsgefahr*



**Chemikalien:** Dichlordimethylsilan  besondere Sicherheitshinweise beachten  
tert. Butylmethylether  
wasserfreies Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>  
KOH

**Geräte:** Becherglas (400 ml)  
Erlenmeyerkolben  
Scheidetrichter  
Filtriervorrichtung  
Rundkolben  
Rotationsverdampfer  
Destillationsapparat bestehend aus: Membranpumpe  
Magnetrührer  
Destillierbrücke  
Thermometer  
Rundkolben  
Ölbad

### Charakterisierung

**Dichtebestimmung, Ausbeute, IR Spektrum**

#### a) Herstellung von [(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>SiO]<sub>4</sub> ("D4")

##### Arbeitsbeschreibung:

45 ml Dichlordimethylsilan werden langsam im Becherglas in 130 ml Wasser eingetropft. Die Temperatur sollte dabei 40 °C - 50 °C nicht überschreiten (Eisbad). Nach dem Abkühlen auf Raumtemperatur wird die Oligosiloxanphase in 65 ml tert.-Butylmethylether aufgenommen, in einen Scheidetrichter gegeben und vom Wasser getrennt. Es wird zweimal mit Wasser gewaschen und mit einigen Spatelspitzen wasserfreiem Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> getrocknet, filtriert und der Ether am Rotationsverdampfer abdestilliert. (Wasserbad 40 °C - 50 °C)

Der Oligosiloxanrückstand wird in einem Destillierkolben mit 0,65 g fein zerriebener KOH versetzt (Schliff darf nicht kontaminiert werden). Durch die zunächst einsetzende basenkatalysierte Polymerisation bei 140 °C Ölbadtemperatur, kommt es zu einem deutlichen Viskositätsanstieg der Siloxanmischung im Kolben. Mit der Zeit setzt jedoch eine Depolymerisation ein, so dass man das D4 bei einem Unterdruck von ca. 10 mbar überdestillieren kann (Destillationsapparatur mit Membranpumpe).

Von dem Produkt wird die Ausbeute bestimmt, sowie die Dichte mit dem Pyknometer bestimmt (Eichung mit H<sub>2</sub>O). Zusätzlich wird ein IR-Spektrum aufgenommen.

## **b) Herstellung von Silicon - Kautschuk**

**Chemikalien:** D<sub>4</sub>  
KOH

**Geräte:** Erlenmeyerkolben  
Ölbad  
Wägeschale groß

### **Arbeitsbeschreibung**

Das gesamte D<sub>4</sub> (ca.15-20 g) wird in einem 250 ml Erlenmeyerkolben mit 300 mg fein zerriebenem KOH - Pulver gut vermischt. Der Kolben wird in ein auf 140 °C vorgeheiztes Ölbad gestellt und gelegentlich mit einem Glasstab umgerührt. Nach ca. 15 Minuten hat die Flüssigkeit eine honigartige Konsistenz. 10 g der noch fließfähigen abgekühlten Masse wird in eine große Wägeschale geschüttet.

**Reinigung von Rundkolben und Erlenmeyerkolben nur mit Petrolether möglich! Abfall „Lösungsmittelhaltige Abfälle“!!**

### **Kaltvulkanisation**

Die fließfähige Masse in der Wägeschale wird mit Kreide pastös angeteigt. Die Polymer/Füllstoff-Mischung wird nacheinander mit 0,3ml Tetraethoxysilan und 0,3 ml Dibutylzinndilaurat (Vulkanisationsbeschleuniger) homogen verrührt und über Nacht zu einem Silikonkautschuck vernetzt.

Einen Teil der Kreide kann man auch durch ein vorher hergestelltes Pigment ersetzen.