

Anorganisches Praktikum
3. 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 02/2024)

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 Na₂SO₄
KOH

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

a) Herstellung von [(CH₃)₂SiO]₄ ("D4")

Arbeitsbeschreibung:

45 ml Dichlordimethylsilan werden langsam im Becherglas in 130 ml Wasser eingetropft. Die Temperatur sollte dabei 40 - 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 Na₂SO₄ 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 (Destillationsapparat mit Membranpumpe).

Von dem Produkt wird die Ausbeute bestimmt, sowie die Dichte mit dem Pyknometer bestimmt (Eichung mit H₂O). Zusätzlich wird ein IR-Spektrum aufgenommen.

b) Herstellung von Silicon - Kautschuk

Chemikalien: D₄
KOH

Geräte: Erlenmeyerkolben
Ölbad
Wägeschale groß

Arbeitsbeschreibung

Das gesamte D₄ (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.