

# Inhaltsverzeichnis

	Seite
<b>1. Einleitung und Aufgabenstellung</b>	<b>1</b>
<b>2. Grundlagen</b>	<b>5</b>
2.1. Nomenklatur	5
2.2. Bisherige Ergebnisse	8
<b>3. Beschreibung und Diskussion der Versuchsergebnisse</b>	<b>11</b>
3.1. Allgemeines	11
3.2. Darstellung von Polychlorsiloxanen	11
3.2.1. Darstellung acyclischer Polychlorsiloxane durch partielle Hydrolyse von $\text{SiCl}_4$	11
3.2.2. Darstellung acyclischer Polychlorsiloxane durch partielle Hydrolyse von $\text{Si}_2\text{OCl}_6$	12
3.2.3. Darstellung cyclischer Polychlorsiloxane durch partielle Hydrolyse von $\text{Si}_3\text{O}_3\text{Cl}_6$	13
3.2.4. Darstellung cyclischer Polychlorsiloxane durch Pyrolyse von $\text{SiCl}_4$	16
3.3. Darstellung von trimethylsilylierten Kieselsäureestern	17
3.3.1. Umsetzung von Alkoxysiloxanen mit Trimethylsilylsilan	17
3.3.2. Umsetzung von Polychlorsiloxanen mit Alkoxytrimethylsilan	17
3.3.3. Umsetzung von Polychlorsiloxanen mit unterschiedlichen Trimethylsilylestern	18
3.3.4. Umsetzung von Polychlorsiloxanen mit Natriumtrimethyl- silanolat	19
3.3.5. Umsetzung von Polychlorsiloxanen mit Blei(II)trimethyl- silanolat	20
3.3.6. Umsetzung von Polychlorsiloxanen mit Trimethylsilanol	20
3.4. Zusammenfassung	24

<b>4.</b>	<b>Beschreibung und Diskussion der Analysenergebnisse</b>	<b>27</b>
4.1.	$^{29}\text{Si}$ -NMR-Spektroskopie	27
4.1.1.	$^{29}\text{Si}\{\text{H}\}$ -Experiment	27
4.1.2.	$^{29}\text{Si}$ -INEPT-Experiment	36
4.1.3.	$^{29}\text{Si}$ -INADEQUATE-Experiment	37
4.1.4.	$^{29}\text{Si}$ -MAS-Experiment	41
4.2.	Massenspektrometrie	43
4.3.	Gaschromatographie	44
4.4.	Flüssigchromatographie	46
4.5.	Röntgenpulveraufnahmen	48
4.6.	DSC-Messungen zur Schmelzpunktbestimmung	51
<b>5.</b>	<b>Experimenteller Teil</b>	<b>53</b>
5.1.	Allgemeine Versuchsbedingungen	53
5.2.	Darstellung der Polychlorsiloxane	53
5.2.1.	Darstellung der acyclischen Polychlorsiloxane durch partielle Hydrolyse von $\text{SiCl}_4$	53
5.2.2.	Darstellung acyclischer Polychlorsiloxane durch partielle Hydrolyse von $\text{Si}_2\text{OCl}_6$	55
5.2.3.	Darstellung cyclischer Polychlorsiloxane durch partielle Hydrolyse von $\text{Si}_3\text{O}_3\text{Cl}_6$	56
5.2.4.	Darstellung cyclischer Polychlorsiloxane durch Pyrolyse von $\text{SiCl}_4$	57
5.3.	Darstellung von Siloxilierungsreagenzien und deren Umsetzung mit Polychlorsiloxanen	61
5.3.1.	Darstellung von Trimethylsilanol	61
5.3.2.	Darstellung der trimethylsilylierten Kieselsäureester aus Polychlorsiloxanen und Trimethylsilanol	61
5.3.3.	Darstellung von Blei(II)trimethylsilanolat	63

5.3.4.	Umsetzung von Blei(II)trimethylsilanolat mit Polychlorsiloxanen	64
5.3.5.	Darstellung von Ethoxytrimethylsilan	65
5.3.6.	Darstellung von Methoxytrimethylsilan	65
5.3.7.	Umsetzung von Ethoxy- und Methoxytrimethylsilan mit Polychlorsiloxanen	65
5.3.8.	Darstellung von Trimethyliodsilan	66
5.3.9.	Darstellung von Tetraethoxysilan	66
5.3.10.	Umsetzung von Trimethyliodsilan mit Tetraethoxysilan	67
5.4.	Darstellung von Phasenmaterial für die Chromatographie	67
5.4.1.	Darstellung einer RP <sub>18</sub> -Phase für die Flüssig- chromatographie (LC)	67
5.4.2.	Darstellung einer RP <sub>18</sub> -Phase für die HPLC	68
<b>6.</b>	<b>Geräteparameter</b>	69
6.1.	Kernresonanzspektroskopische Methoden	69
6.2.	Massenspektroskopische Untersuchungen	70
6.3.	DSC-Untersuchungen	71
6.4.	Röntgenpulveraufnahmen	71
6.5.	Gaschromatographische Untersuchungen	72
6.6.	HPLC-Untersuchungen	73
6.7.	Elementaranalysen	74
<b>7.</b>	<b>Zusammenfassung</b>	75
<b>8.</b>	<b>Anhang</b>	79
<b>9.</b>	<b>Literaturverzeichnis</b>	88