

# 試験管に付着したゴム状硫黄の除去 ～コストダウンと完全除去率 100%への道～

2年4組 薬師寺創太 2年4組 松崎 陽向  
2年4組 浅田 美晴 2年3組 清水 公将  
指導者 蒲池 健人

## 1 課題設定の理由

硫黄の同素体の生成実験において使用した試験管はゴム状硫黄が内部に付着する。付着したゴム状硫黄は単純な洗浄によってはがすことが難しいため、実験で使用した試験管は破棄されてしまうことが多い。先行研究より、ゴム状硫黄作成後、横置きで 100 日静置した試験管を液体窒素に浸し、6.0mol/L の水酸化ナトリウム水溶液を入れて擦ることで完全に除去できることが分かっている<sup>(1)</sup>。しかし、ゴム状硫黄を除去するまでに静置期間が 100 日必要であること、除去するために液体窒素を使用するコストがかかることが課題である。そこで本研究では、静置期間の短縮と液体窒素を使わずにゴム状硫黄を完全に除去することを目指した。

## 2 仮説

先行研究より、ゴム状硫黄作成後、横置きで 25 日静置した試験管についても除去率が 50%程度あることが報告されている。また、ゴム状硫黄を完全に除去するためには液体窒素との接触が必要であると報告されている。試験管からゴム状硫黄がはがれる要因として、液体窒素が無極性分子であること、常温で気化し爆発的に体積が大きくなることという 2 つの性質が関わっていることが示唆されている<sup>(1)</sup>。そこで本研究では、次の 3 つの仮説を立てて検証を行った。

- (1) ゴム状硫黄作成後、横置きの試験管の静置期間が 100 日より短い期間でも完全にゴム状硫黄を除去できる。
- (2) 水は凝固の際、体積が膨張する性質<sup>(2)</sup>があることに着目して、液体窒素の代替手段として水を用いてもゴム状硫黄を除去できる。
- (3) 試験管からはがれるゴム状硫黄の構造には共通する構造が見られる。

## 3 研究の方法

仮説の検証のため、ゴム状硫黄が付着した試験管について実験①～③を行う。ゴム状硫黄が付着した試験管は、硫黄を試験管の中に 3 分の 1 入れて加熱し、生成されたものを外部に放出して作成した。また、比較検討のため、作成した試験管はいずれも横置きで指定の日数、静置した。その後、実験①～②を行った後、6.0mol/L の水酸化ナトリウム水溶液に 1 日接触させ、最後に試験管洗浄機で洗浄することとする。

### 実験① 日数による比較

試験管を 30 日、50 日、70 日静置した後、液体窒素を試験管内部に接触させて比較。

### 実験②-A 水の除去効果の検証

試験管を 0 日～100 日静置した後、試験管に水を入れたまま、横置きで 1 日凍らせて比較。

### 実験②-B 水の除去効果の検証

試験管を 0 日～100 日静置した後、試験管に水を入れ、内部のゴム状硫黄を湿らせて、水を出した後 1 日凍らせて比較。

### 実験③ ゴム状硫黄の構造変化の確認

試験管内のゴム状硫黄の静置日数による構造変化を顕微鏡で確認する。

#### 4 結果と考察

図1に実験①の結果を示す。

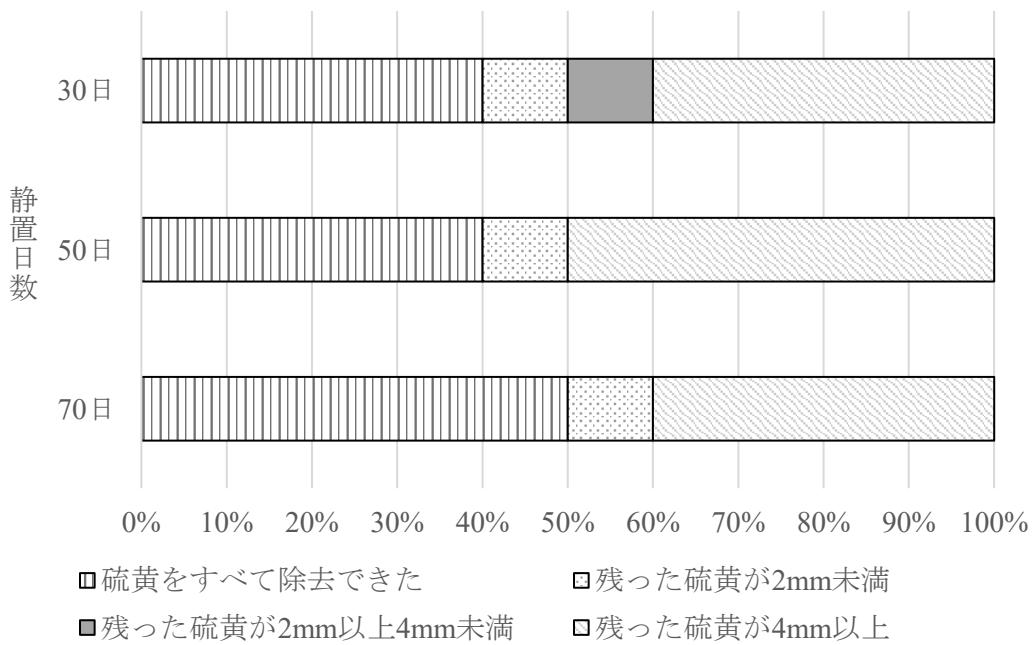


図1 静置日数を変化させたときのゴム状硫黄の除去状況

図1より、70日の静置期間ではすべての試験管内のゴム状硫黄を完全に除去することはできなかった。今回の結果から、静置後、液体窒素に浸し、6.0mol/Lの水酸化ナトリウム水溶液と接触させる今回の除去方法では、静置日数を70日～100日にすることがゴム状硫黄の完全除去には必要であることが分かった。

図2に実験②-Aの結果を示す。

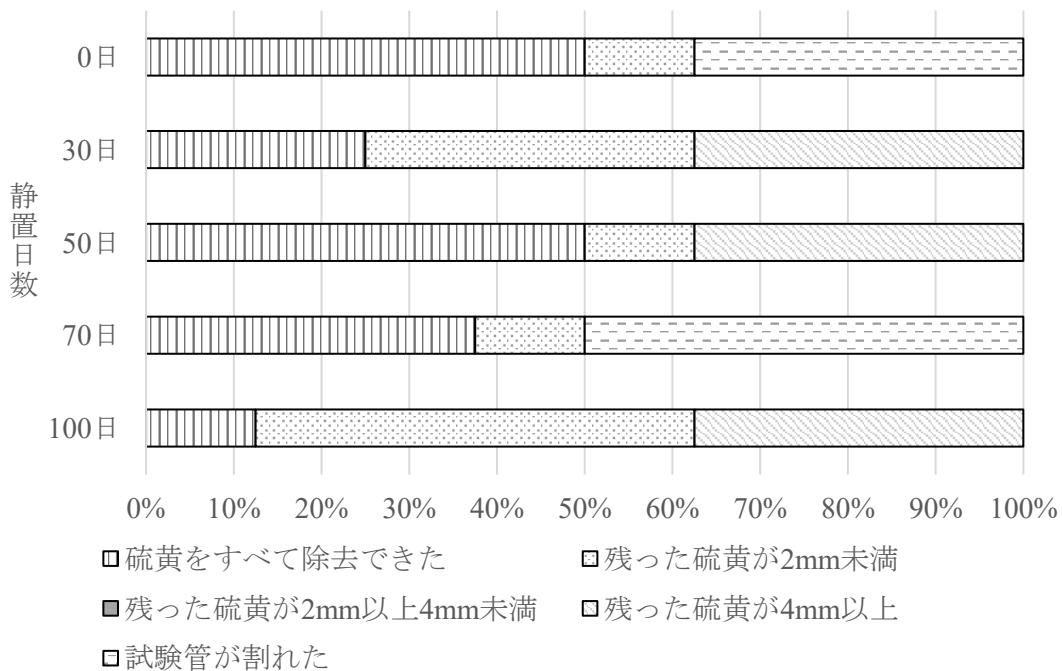
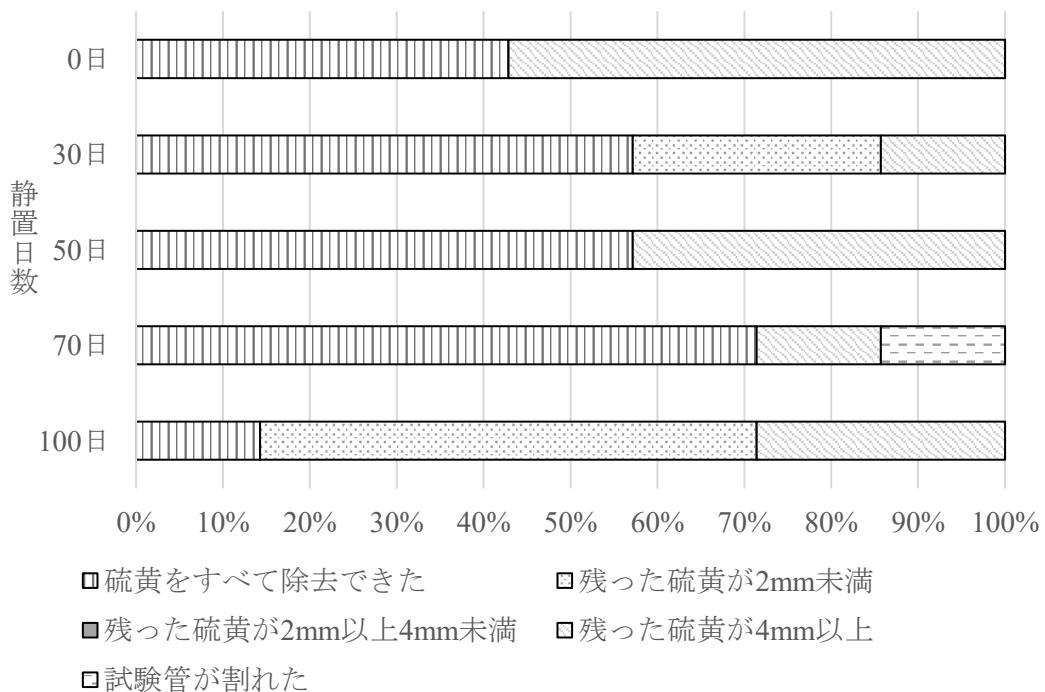


図2 試験管内を水で満たしたまま凝固させた場合のゴム状硫黄の除去状況

**図2**より、いずれの静置日数でも、水によるゴム状硫黄の完全除去が可能であることが分かった。この結果より、ゴム状硫黄の除去には体積膨張が可能な溶媒との接触が必要であることが考えられる。静置期間中に、ゴム状硫黄の相転移により構造に変化が生まれることで隙間ができると考えられる。そこに液体窒素や水が入り込み、気化もしくは凝固による体積膨張が起こることで硫黄の隙間が広がり、はがれやすくなつたと考えられる。今回の結果より、試験管からゴム状硫黄を除去するために必要であった液体窒素の代替として水の凝固を使うことが可能であると言える。よって、液体窒素を購入・保管するためのコストに関する課題は解決できたと言える。しかし、静置期間0日、70日の結果から、水を試験管に満たしたまま凝固させた場合、体積膨張の影響で試験管が割れてしまう可能性があると分かった。液体窒素の気化による体積膨張とは異なり、凝固による体積膨張であるため、直接試験管にも体積膨張の影響を及ぼしたと考えられる。

**図3**に実験②-Bの結果を示す。



**図3 水で湿らせて凝固させたゴム状硫黄の除去状況**

**図3**より、いずれの静置日数でも、水によるゴム状硫黄の完全除去が可能であることが分かった。さらに、実験②-Aの結果と比べると、高精度でゴム状硫黄を完全に除去できることが分かった。また、実験②-Aでは、静置期間0日で38%、70日で50%の割れた試験管が確認されたが、実験②-Bでは静置期間70日で14%しか割れた試験管が確認できなかった。以上の2つの結果から、水の凝固を用いてゴム状硫黄の除去を目指す場合、試験管に水を満たしたまま凍らせるのではなく、ゴム状硫黄を湿らせる程度の水は残したまま凍らせる方が除去方法として適していると分かった。このことから、試験管に水を満たしたまま凝固をさせると、ゴム状硫黄の構造の内部に入り込んだ水の体積膨張とゴム状硫黄の外側の水の体積膨張が押し合い、ゴム状硫黄をはがすことができなかつたと考えられる。ゴム状硫黄が湿る程度の水を入れて凝固させた場合は、ゴム状硫黄の構造の内側に水が入り込むことは変わらないが、試験管内が水で満たされていないため、ゴム状硫黄の外側に水が存在しない。結果として、凝固が起つたときに、内側からの体積膨張しか起こらずゴム状硫黄の構造の隙間が広がり、はがれやすくなつたと考えられる。

図4, 5に実験③の結果を示す。

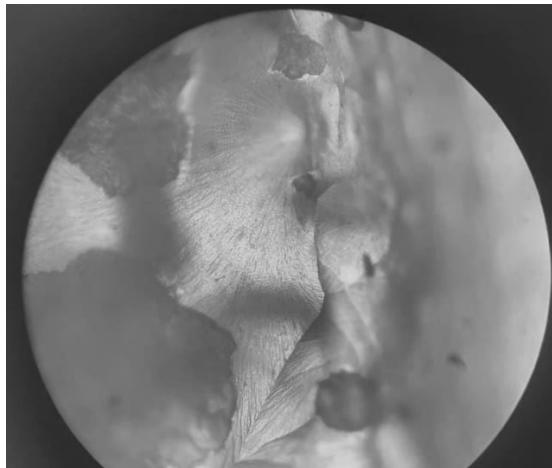


図4 静置期間 0日

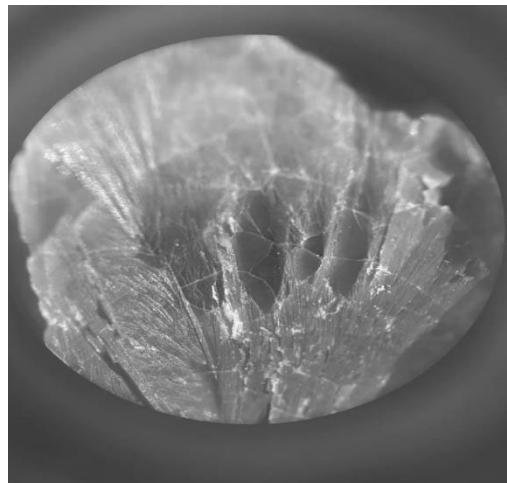


図5 静置期間 60日

図4の静置期間0日では見られなかったひびが、図5の静置期間60日の段階で確認できた。このひびは、ゴム状硫黄が相転移によって斜方硫黄に構造変化したことにより隙間が生じたことと乾燥によりその隙間が広がったことにより生じたと考えられる。実験①～②の結果と合わせると、このひびに液体窒素や水のような体積膨張が可能な溶媒が入り、隙間を大きくしてはがれやすくした後、水酸化ナトリウム水溶液を入れ試験管とゴム状硫黄の接着面を溶かすことによって、ゴム状硫黄の完全除去が可能になると考えられる。今回の観察結果から静置期間が長くなれば長くなるほどゴム状硫黄の構造変化が進むことで、ひびの数が多くなり隙間が広くなると考えられる。隙間が大きくなれば本来、溶媒の体積膨張の影響が働きやすく、はがれやすくなると考えられるが、実験②では100日静置したものが最もはがれにくい結果となった。これは、溶媒の体積膨張が気化によるものか凝固によるものかの違いであると考えられる。気化による体積膨張は常温で瞬間に発生するため隙間に對して効果的に作用する。しかし、凝固による体積膨張では固まるまでの時間がかかるため、隙間が大きくなりすぎると水が保持されず体積膨張が効果的に作用されなかつたと考えられる。

## 5まとめと今後の課題

今回の実験から、ゴム状硫黄の完全除去に液体窒素を用いる場合70日～100日の静置期間が必要であると分かった。水を用いる場合は70日の静置期間をとった上で試験管に水を入れ、ゴム状硫黄が湿る程度の水を残し凝固させることができると示唆された。また、ゴム状硫黄を湿らす程度の水であれば試験管が割れることも抑えることができると言えられる。ゴム状硫黄の静置期間ごとに状態の観察から、はがれやすくなる要因が構造変化によるひびの発生と増加によるものであると見出した。

今後の課題としては、水を用いたゴム状硫黄の完全除去率を100%にする方法の検討を行っていく必要性がある。また、ゴム状硫黄の静置期間による構造変化についてデータの数を増やし、どの構造において除去が最もしやすくなるか調べる必要がある。

## 参考文献

- (1) 吉見 心優, 田中 風吹, 浅田 美晴, 井上 日和.  
試験管に付着したゴム状硫黄の除去方法の確立.  
令和4年度愛媛県宇和島東高等学校 SSH 生徒課題研究論文集, 2023, p.12-13
- (2) 卜部 吉庸. 化学の新研究 第3版. 三省堂, 2023, p.77