

ゴム状硫黄の最適な除去方法

1年4組 上杉 夏蓮 1年4組 幸瀧 美嘉 1年4組 児玉 亜門
指導者 浦辻 規幸

1 背景

硫黄の実験でゴム状硫黄を作る際、試験管を使用するが、ゴム状硫黄が試験管等にこびりつくことがある。その時に試験管にこびりついたゴム状硫黄は取り除きにくいいため、使用した試験管は廃棄されることが多い。立島（2008）によると、ポリマー硫黄はアンモニア等の塩基性物質との接触で容易に斜方硫黄に相転移されることが分かっている^[1]。また、兵庫県立教育研修所により、試験管にこびりついた硫黄は水酸化ナトリウムを入れ煮沸し、冷えてから水に移してブラシで擦ると簡単に取れることが述べられている^[2]。しかし高温の塩基となるため、ガラスがとけること想定され、他の方法による除去方法の確立が重要である。ゆえに、ゴム状硫黄を塩基性物質との接触あるいは温度変化によって硫黄の状態に変化させ、試験管を再使用することを目的とし、本研究を行った。

2 仮説

ゴム状硫黄とは、いくつもの硫黄原子がつながっている直鎖状硫黄のことである。立島（2008）より、ポリマー硫黄はアンモニア等の塩基性物質との接触でも容易に斜方硫黄に変化することが分かっている。そこで、強塩基である無機化合物の水酸化ナトリウム（NaOH）と、冷却された窒素の液体である液体窒素の2種類の液体を用いることにより、試験管内のゴム状硫黄を取り除くことができると考え、以下の仮説を立てた。

- (1) 試験管にこびり付いたゴム状硫黄に塩基性物質を接触させることで試験管から取り除くことができる。このとき、塩基性の高い物質ほどゴム状硫黄を斜方硫黄に戻しやすい。
- (2) 液体窒素を試験管の硫黄に接触させることで、温度の変化により硫黄の体積が変化することで硫黄を取り除くことができる。

3 方法（実験①・②）

試験管内にこびりついたゴム状硫黄の除去について以下の方法で検討する。

- (1) 本実験で使用する材料について
 - ・硫黄（株式会社松葉薬品）・NaOH水溶液（1.0,2.0,6.0M）・液体窒素（大和酸素工業株式会社）
- (2) 実験① NaOH水溶液の濃度（ $n=1$ ）

以下の条件でNaOH水溶液に曝した後、試験管ブラシで擦った際の取れ方を比較・検討する。

 - ア ゴム状硫黄を生成するため、加熱する硫黄 0.5g
 - イ 注入する溶液 NaOH水溶液 6.0M、2.0M、1.0M、水 各 0.5mL
 - ウ 溶液と接触させる期間 1週間
- (3) 実験② 液体窒素に対する反応（ $n=3$ ）

ゴム状硫黄との接触の仕方によって反応性が異なると考え、試験管へのゴム状硫黄のこびりつき方を変え、1分間液体窒素による曝した後、試験管ブラシで擦った際の取れ方を比較・検討する。

 - ア 試験管の底にゴム状硫黄を溜め、液体窒素を試験管の内外ともに接触させる
 - イ-1 試験管からゴム状硫黄を流し、硫黄と接触させるように液体窒素を内側のみ浸す
 - イ-2 試験管からゴム状硫黄を流し、硫黄が接触しないように液体窒素を外側のみ浸す
 - ウ 試験管からゴム状硫黄を流し、液体窒素を内外ともに接触させた後、27度の水に浸す

液体窒素でゴム状硫黄が取り除けなかった場合、試験管内にNaOH溶液を入れて時間を置き、試験管ブラシで擦って取り除く。

4 結果・考察（実験①・②）

- (1) NaOH水溶液の濃度
実験①の結果、NaOH溶液 6.0Mを入れたゴム状硫黄のみゴム状硫黄が溶けていた。また、ゴム状硫黄の色は、6.0Mのものは茶色、2.0Mのものは少し黄色に変化しており、1.0Mのもの

と水のものには変化がみられなかった。この結果より、6.0M の NaOH 水溶液がゴム状硫黄を取り除くことに最も効果があると考えられることができる。

(2) 実験② 液体窒素に対する反応

ア、イ、ウで条件を変えて実験を行った結果、ゴム状硫黄の生成直後に液体窒素に浸した場合、すべて硫黄が除去できたものは無かった。この結果より、ゴム状硫黄の生成直後においては、ゴム状硫黄が弾性を持ち、温度変化による体積変化を起こしても試験管のガラス壁面に対し隙間ができなかったことが原因であると考えられる。経時によりゴム状硫黄が斜方硫黄に変化することで、この方法が有効になることが考えられる。

5 方法 (実験③)

1 年前の授業で使用された試験管 50 本を使用する。液体窒素に試験管を浸し、効果を検証する。また液体窒素でゴム状硫黄が取り除けなかった場合、試験管内に NaOH 水溶液を入れて 1 週間置き、試験管ブラシで擦って取り除くことで、二つの方法による効果を検証する。

6 結果・考察 (実験③)

結果を表 1 に示す。

表 1 実験 3 の結果

除去できた数 (本)		再利用できない数 (本)		合計
液体窒素のみ	液体窒素と NaOHaq	硫黄が残った	ヒビ・割れ	
6	18	20	6	50

ゴム状硫黄作成後 1 年間経過した硫黄に液体窒素を浸すと、表 1 のように 6 本の試験管において白変した硫黄が剥がれ落ちたため、硫黄表面では以下の反応が起こっていると考察した。

(1) 前提条件

立畠 (2008) によるとゴム状硫黄が斜方硫黄にもどるには時間を要するとある^[1]。そのため、実験に用いたゴム状硫黄の実験後 1 年間たった硫黄は、斜方硫黄とゴム状硫黄が混ざり合った状態にあると仮説を立て、この考察をする。

(2) 仮説

斜方硫黄とゴム状硫黄がまじりあった状態の硫黄は液体窒素に触れることで体積が小さくなる。この時、王冠状の斜方硫黄がバラバラに混ざり合い隙間ができた状態から、隙間のない状態になろうとする。そこで王冠状の斜方硫黄は縦に重なる。斜方硫黄どうしの距離が小さくなることで、ガラスとの間に空間が生まれたことで、分子間力が小さくなり、試験管から剥がれ落ちたのだと考えた。さらに液体窒素の気化が解離を加速させたと考えた。

(3) 観察結果と比較

斜方硫黄どうしの距離が小さくなることで、硫黄内にも空間が生まれたことにより、光が乱反射され、液体窒素に浸したあと硫黄が白くなって見えたのだと考えた。

7 まとめ

実験③より、試験管内にこびりついたゴム状硫黄を取り除くには、ゴム状硫黄の長く時間を置いたものを液体窒素に浸し、それでも取り除けなかった場合は、6.0M の NaOH 水溶液を入れて擦る方法が最適である結果が得られた。今後はゴム状硫黄を放置する期間を細かく分け、どのくらいの期間を置いたものがゴム状硫黄を取り除くのに最適かを調査していきたい。また、液体窒素はコストがかかるため、低コストで同じような結果を得られる方法を考えていきたい。

参考文献

- [1] 「硫黄の特徴と不溶性硫黄の用法」 三新化学工業 (株) 立畠 達夫 (2008)
www.sanshin-ci.co.jp/wp/wp-content/uploads/2013/02/GR015.pdf
- [2] 「実験化学-3」 兵庫県立教育研修所
<http://www.hyogo-c.ed.jp/~rikagaku/jjmanual/jikken/kaga/kaga03.htm>