

二硫化炭素を使わない硫黄の結晶作り

熊本県立八代工業高等学校 1年 理科学研究班 水田 映莉香 ほか5名

1 研究の動機

硫黄は元素記号 S、原子番号 16 の授業でもよく出てくる元素。同素体として斜方硫黄、単斜硫黄、ゴム状硫黄がある。単斜硫黄とゴム状硫黄は硫黄を加熱して作るが、斜方硫黄は硫黄を二硫化炭素で溶かし蒸発させ再結晶させる。しかし二硫化炭素 (CS_2) は、引火しやすく人体に有害。そこで、二硫化炭素を使わずに、斜方硫黄の結晶が作れないか研究してみた。

2 研究の目的

二硫化炭素を使わずに斜方硫黄の結晶を作る。

結晶を作るには硫黄を溶かす必要がある。→安全に硫黄を溶かす薬品を調べる。理化学辞典(岩波書店)の硫黄の項目にジエチルエーテル、エタノール、ベンゼン、グリセリンには微量に溶けるとあった。そこで学校にある薬品で硫黄を溶かし結晶を作る。

3 研究の方法

(1) 硫黄を溶かす薬品を探す

①学校にあった薬品(石油ベンジン、石油エーテル、ジエチルエーテル、アセトン、メタノール、エタノール、シクロヘキサン)に硫黄を加えてみる

【①の結果】常温ではほとんど溶けなかった。加熱をするとわずかに溶けた。

②水酸化ナトリウム水溶液と加熱してみる

インターネットに「アルカリ水溶液と加熱すると多硫化物及びチオ硫酸塩を生じて溶解する」とあった。そこで 6 mol/L 水酸化ナトリウム水溶液 1 mL を各溶液に加えてみた。

(石油エーテルとジエチルエーテルは沸点が低く、蒸発しやすいので実験から外した)

【②の結果】

- ・ろ紙に化合物が付着し、乾燥するともろ紙が硬くなり、重くなった。
- ・常温よりも 40℃ 加熱が、より化合物ができ、ろ過後の重さは重くなった。
- ・湯煎温度を 60℃、沸騰と高くしていくと、ろ過後の重さは軽くなっていった。
- ・アルカリ水溶液と加熱すると、溶液の色も黄色から茶色に変わった。

上記のことから温度が上がるほど硫黄は溶けると考えられる。

(2) 硫黄の結晶を作る…硫黄が溶けることがわかったので、次の実験をおこなった。

①硫黄を溶かした溶液を蒸発させる

5種類の薬品(石油ベンジン、アセトン、メタノール、エタノール、シクロヘキサン)と温度別(常温、40℃、60℃、沸騰)の4種類の組み合わせ計 20 通りで硫黄を溶かし、上澄み液をビーカーで蒸発させる。

【①の結果】溶液に色がついていたアセトン、メタノール、エタノールでは、化合物が残り、結晶と思えるものは析出しなかった。石油ベンジンとシクロヘキサンからは結晶が析出した。

②アルカリ水溶液の影響を調べる

結晶が析出した石油ベンジンとシクロヘキサンで実験を続けることにした。

水酸化ナトリウムの濃度を 4 mol/L、2 mol/L、1 mol/L と変えて硫黄を溶かし、溶液をビーカーで蒸発させる。

【②の結果】濃度に関係なく良い結晶が得られなかった。原因はビーカーで蒸発させたので、蒸発速度が速いこと、アルカリ濃度が高いことが影響していると考えられる。

③アルカリ水溶液の影響を調べる－２

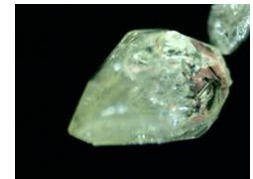
濃度が高いと良い結晶が得られなかったので、濃度を 0.6mol/L、0.4mol/L、0.2mol/L と低くし、硫黄を溶かした上澄み液を別の試験管に移し、結晶を析出させる。

【③の結果】石油ベンジンは濃度が薄いと、針状結晶や結晶がくっついて板状に成長した。シクロヘキサンの結晶は濃度が高いと白く小さな結晶となり、低いと透明な結晶となった。濃度は 0.4mol/L の結晶が良かった。

④アルカリ水溶液の割合を変えてみる

シクロヘキサンと 0.4mol/L 水酸化ナトリウム水溶液の割合を変えて 1 : 2 から 1 : 20 まで変えて硫黄を溶かし、試験管で蒸発させる。

【④の結果】水酸化ナトリウムの割合が大きくなるとアルカリ濃度が高くなり、結晶は小さな集合体となった。水酸化ナトリウムの割合が小さくなるとアルカリ濃度が低くなり、単体で角のある結晶となった。粒の大きさは 1 : 20 が大きな結晶が多かった。どの結晶も肉眼では黄色である。



(3) 硫黄の結晶を大きくする

シクロヘキサンに 0.4mol/L 水酸化ナトリウム水溶液を 5 % (1 : 20) 加えると綺麗な結晶ができることがわかったので、結晶を大きく成長させることにした。

①試験管壁面に析出した結晶を成長させる

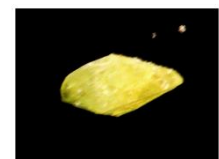
シクロヘキサンにアルカリ水溶液を加えて加熱すると硫黄が溶け、自然冷却すると試験管内部の壁面に硫黄の結晶が析出する。溶液が蒸発するので硫黄が溶けたシクロヘキサンを補充し、結晶を成長させる。

【①の結果】壁面に析出した結晶の成長よりも、水面で結晶となる量が多く、壁面の結晶は成長が遅く大きくならなかった。約 1 ヶ月後、蒸発と補充を繰り返し、2 mm の大きさになった。



②種結晶を試験管の底で成長させる

試験管の壁面に析出した結晶を種結晶とし、硫黄が溶けたシクロヘキサンの中へ入れる。他の結晶が析出したら、種結晶の成長の妨げとなるので、種結晶を別の試験管に移し、硫黄が溶けたシクロヘキサンの中で成長させる。この作業を繰り返す。



【②の結果】横 1 mm の種結晶が 1 ヶ月で横 4 mm × 縦 1.5 mm の大きさまで成長した。

4 研究の結果

二硫化炭素を使わずに、斜方硫黄の結晶を作ることをおこなった結果、

①石油ベンジン、アセトン、メタノール、エタノール、シクロヘキサンにアルカリ水溶液を加えて加熱すると硫黄は溶けるが、溶液に濃い色がついていると、蒸発させても結晶が得られない。

②アルカリ溶液の濃度や量が多いと、小さな結晶や繋がった結晶になる。

③加熱し硫黄が溶けた溶液を急速に冷やすと、針状結晶となる。

●今回の実験で得られた結晶は、横 4 mm × 縦 1.5 mm が一番大きかった。

【参考文献】理化学辞典（岩波書店）、化学大辞典（東京化学同人）
インターネット（フリー百科事典、世界大百科事典）