

СУНЦ МГУ имени М.В. Ломоносова

## **Кристаллизация серы в неводных растворах**

Курсовая работа

ученика 10 "Л"

Николаева М.Ю.

Научный руководитель:

доцент СУНЦ МГУ,

к.х.н. Н.И. Морозова

Москва 2018

## Введение

Сера встречается в природе как в свободном состоянии (самородная сера), так и в различных соединениях. Очень распространены соединения серы с различными металлами. Сульфидные руды: пирит, медный колчедан (халькопирит), галенит (свинцовый блеск), цинковая обманка (сфалерит). Большое количество серы содержится в залежах нерастворимых сульфатов: гипса, ангидрита и барита. В морской воде растворены сульфаты магния, натрия и калия. В вулканических газах обнаруживают сероводород и оксид серы (IV) [1].

Сера является одним из самых первых известных человеку химических элементов. Упоминания о сере встречаются за 2000 лет до н.э. В практических целях серу начали использовать 1600 лет до н.э. Она встречалась во многих местах побережья Средиземного моря и не могла ускользнуть от внимания древних народов – греков и римлян. Вулканические извержения неизменно выносили с собой огромные количества серы, и запах сернистого газа и сероводорода считался признаком деятельности подземного бога Вулкана. Чистые, прозрачные кристаллы серы в крупных месторождениях Сицилии были замечены за много столетий до нашей эры. Особое внимание привлекала способность этого камня выделять удушливые газы. Именно это необычное свойство и было причиной того, что сера в те времена считалась одним из основных элементов.

В том, что сера – самостоятельный химический элемент, а не соединение, впервые убедился великий французский химик Антуан Лоран Лавуазье в XIII веке [2].

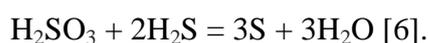
Представление об исключительной роли серы в природе можно найти в знаменитом трактате Ломоносова «О слоях земных» 1763 года: «Что же к возгоранию удобнее серы? ... Но нет ни единой руды, нет почти ни единого камня, который бы через взаимное с другим трение не дал от себя серного духу и не объявил бы тем ее в себе присутствие...» [3].

В настоящее время сера стала основой химической промышленности. Около половины ее добычи расходуется для получения серной кислоты. Значительные количества серы используются в резиновой промышленности для превращения каучука в резину [4]. Сера нужна для получения бумаги, целлулоида, красок, большинства лекарств, спичек, для очистки бензина, эфира, масел, для приготовления фосфорных удобрений, купоросов, квасцов, соды, стекла, брома, иода. Использование ее в черном порохе сделало ее совершенно необходимой для огнестрельного оружия [3].

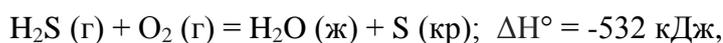
Общее содержание серы в земной коре составляет приблизительно 0,1%.

Самородная сера вулканического происхождения часто содержит небольшие количества мышьяка (As), селена (Se), теллура (Te) и следы титана (Ti). Сера многих

месторождений загрязнена битумами, глиной, разными сульфатами и карбонатами. Для очистки серы пользуются её способностью легко плавиться. Однако сера, полученная выплавкой из руды (комовая сера), обычно содержит еще много примесей. Дальнейшую ее очистку производят в рафинированных печах, где сера нагревается до кипения. Пары серы поступают в выложенную кирпичом камеру. Вначале, пока камера холодная, сера прямо переходит в твердое состояние и осаждается на стенках в виде светло-желтого порошка (серный цвет). Когда камера нагревается выше 120 °С, пары конденсируются в жидкость, которую выпускают из камеры в формы, где она застывает в виде палочек. Полученная таким образом сера называется черенковой. Важным источником получения серы служит железный колчедан FeS<sub>2</sub>, называемый пиритом, и полиметаллические руды, содержащие сернистые соединения меди, цинка и других цветных металлов. Некоторое количество серы (газовая сера) получают из газов, образующихся при коксовании и газификации угля [5]. Серу можно получить из растворов сероводородной и сернистой кислот:



Особенно важна реакция неполного окисления H<sub>2</sub>S:



используемая для получения серы из природных газов, содержащих сероводород [7].

Но эти процессы трудно осуществить в лаборатории. Можно применить перекристаллизацию серы из неполярных органических растворителей. Было решено провести этот процесс в лабораторных условиях и определить применимость такого метода в лабораторной практике.

**Цель работы** – получить кристаллы серы в результате перекристаллизации из неполярных органических растворителей.

**Задачи:**

- подобрать растворители;
- провести перекристаллизацию на практике;
- исследовать характеристики полученных кристаллов;
- определить эффективность метода перекристаллизации серы из неполярных или малополярных растворителей.

Для выполнения поставленных целей и задач необходимо ознакомиться с научными работами в разных сферах химии, а также области, смежной с ней – физики.

# Литературный обзор

## 1. Аллотропные модификации серы

Сера образует ряд аллотропных модификаций [8]. Их названия и свойства сведены в таблицу 1. В ней представлены фотографии реальных кристаллов [9], [10], [11].

Таблица 1. Аллотропные модификации серы

Название	Свойства	Фотография
Ромбическая (октаэдрическая) сера	В этом виде встречается в природе. Устойчива при обычных условиях. Хрупкое вещество лимонно-желтого цвета, не проводящее электрического тока и не растворяющееся в воде. Молекула состоит из 8 атомов – S <sub>8</sub> .	
Призматическая (моноклинная) сера	Может быть получена при медленном охлаждении расплавленной серы. Она устойчива лишь при температуре выше 95,6 °С и состоит из иглообразных кристаллов. При обычной температуре переходит в октаэдрическую.	
Пластическая сера	Получается при быстром охлаждении (при вливании в холодную воду) расплавленной серы, нагретой до точки кипения. Представляет собой коричневую массу, похожую на резину. При обычной температуре переходит в октаэдрическую.	

Наиболее известные кристаллические модификации серы: ромбическая и моноклинная сера  $S_8$  – имеют молекулярную кристаллическую решетку и содержат молекулы в конформации «корона» (рис. 1 а). Между молекулами – слабые силы межмолекулярного притяжения, а вот внутри молекул – прочная ковалентная связь.

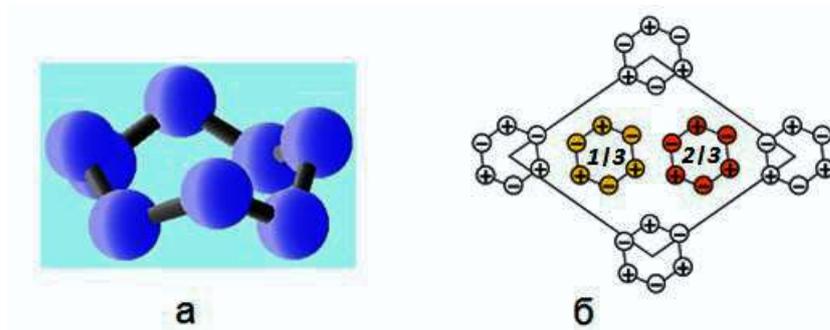


Рис. 1. Кристаллические формы серы: молекула  $S_8$  в конформации «корона» (а), расположение молекул  $S_6$  в кристаллах ромбоэдрической серы (б). Знаки «+» и «-» указывают высоту атомов серы относительно плоскости рисунка. Центры незакрашенных молекул находятся на высоте 0, покрашенных – на высоте  $1/3$  и  $2/3$  [12]

Кристаллы ромбической и моноклинной серы представлены на рис. 2. Кристаллы ромбической системы имеют форму октаэдров, у которых обычно часть углов или ребер как бы срезана. Моноклинная модификация серы имеет игольчатые кристаллы.

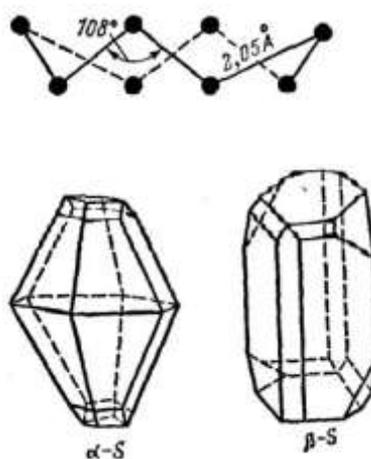


Рис. 2. Кристаллы ромбической и моноклинной серы [5]

При нормальных условиях и температурах до  $96^\circ\text{C}$  стабильна ромбическая модификация  $\alpha\text{-}S_8$ . Ее кристаллическая решетка орторомбическая, параметры элементарной ячейки  $a = 1,04646$  нм,  $b = 1,28660$  нм,  $c = 2,4486$  нм. Плотность  $2,07$  кг/дм<sup>3</sup> [12].

В температурном интервале  $113^{\circ}\text{C} < T < 125^{\circ}\text{C}$  стабильна модификация  $\beta\text{-S}_8$ . Параметры элементарной ячейки моноклинной серы  $a = 1,090$  нм,  $b = 1,096$  нм,  $c = 1,102$  нм,  $\gamma = 83,27^{\circ}$ . Плотность  $1,96$  кг/дм<sup>3</sup>. Обе модификации отличаются взаимной ориентацией циклических молекул  $\text{S}_8$  в кристаллической решетке [12].

Еще одна модификация серы (ромбоэдрическая) содержит циклические молекулы  $\text{S}_6$  в конформации кресла (рис. 1, б.). Её можно получить выливанием раствора тиосульфата натрия  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  в концентрированную соляную кислоту при  $0^{\circ}\text{C}$  с последующей экстракцией серы толуолом [13]. Параметры элементарной ячейки ромбоэдрической серы  $a = 0,645$  нм,  $\gamma = 115,30^{\circ}$ , температура плавления около  $60^{\circ}\text{C}$  [14]. После испарения растворителя возникают ромбоэдрические кристаллы, содержащие молекулы  $\text{S}_6$  в форме кресла.

Пластическую серу (плотность  $1,92$  г/см<sup>3</sup>) получают при резком охлаждении расплавленной серы (выливая расплав в холодную воду) [13]. Эта модификация состоит из нерегулярных зигзагообразных цепей  $\text{S}_n$  и фактически представляет собой замороженное состояние расплава.

При длительном выдерживании при температурах  $20\text{-}95^{\circ}\text{C}$  все модификации серы превращаются в  $\alpha\text{-S}_8$  [8].

## 2. Выбор растворителя

Сера растворяется в сероуглероде  $\text{CS}_2$ , толуоле  $\text{C}_6\text{H}_5\text{-CH}_3$ , бензоле  $\text{C}_6\text{H}_6$ , анилине  $\text{C}_6\text{H}_5\text{-NH}_2$ , диэтиловом эфире  $\text{C}_2\text{H}_5\text{OC}_2\text{H}_5$ , жидком аммиаке  $\text{NH}_3$ , дитиодихлориде  $\text{S}_2\text{Cl}_2$ , гексане  $\text{C}_6\text{H}_{14}$ , каучуке  $(\text{C}_5\text{H}_8)_n$  и скипидаре  $\text{C}_{10}\text{H}_{16}$  [15].

В таблице 2 приведены сведения о растворимости серы в различных растворителях. Сравнительные сведения о растворении серы в толуоле и бензоле приведены в таблице 3.

Таблица 2. Растворимость серы в различных растворителях, % по массе

Температура, °C	$\text{CS}_2$	$\text{C}_6\text{H}_6$	жидкий $\text{NH}_3$	$\text{S}_2\text{Cl}_2$	гексан
-20	11,045	-	38,4	6,8	0,07
-10	14,06	-	35,0	8,84	-
0	18,08	-	32,34	11,72	0,16
15	26,52	1,56	26,7	17,87	-
20	29,44	1,768	-	20,33	0,25
25	32,86	2,074	23,3	23,2	-
30	36,62	2,60	21,0	26,8	-
40	45,0	-	18,7	34,0	0,55

Таблица 3. Растворимость серы в бензоле и толуоле при 25°C

Растворимость	г/л	мольн. %
Бензол (C <sub>6</sub> H <sub>6</sub> )	18,5	0,69
Толуол (C <sub>6</sub> H <sub>5</sub> -CH <sub>3</sub> )	17,8	0,74

Анализируя данные таблиц 2 и 3, можно увидеть, что растворимость серы лучше в сероуглероде и дитиодихлориде, в бензоле и толуоле – сопоставимая.

При перекристаллизации преимущества имеют растворители с более высокой температурой кипения, что позволяет быстрее проводить процесс. Данные о температурах кипения растворителей сведены в таблицу 4.

Таблица 4. Температуры кипения растворителей, °C

Растворитель	CS <sub>2</sub>	C <sub>6</sub> H <sub>6</sub>	жидкий NH <sub>3</sub>	S <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub>	гексан	толуол
Температура кипения, °C	46,13	80,1	33,4	137	69	110,6

Самые высокие температуры кипения у дитиодихлорида и толуола.

Для выбора растворителя необходимо придерживаться следующих правил:

1. Растворитель должен хорошо растворять примеси. Очистка дает тем лучшие результаты, чем больше разница в растворимостях очищаемого вещества и примесей.
2. Растворимость очищаемого вещества на холоду должна быть небольшой. В противном случае будут велики потери вещества в маточном растворе.
3. Растворимость очищаемого вещества должна возрастать с повышением температуры. Лишь при хорошей растворимости вещества при повышенной температуре (температура кипения растворителя) можно получить удовлетворительный выход продукта в результате перекристаллизации.
4. Растворитель не должен химически взаимодействовать с очищаемым веществом (в том числе и при длительном кипячении).
5. Растворитель должен легко удаляться с поверхности кристаллов при промывании и высушивании.
6. Температура кипения растворителя должна быть ниже температуры плавления очищаемого вещества не менее, чем на 10-15°C. В противном случае вещество может выделяться в виде масла, что затруднит очистку [16].

При проведении химических опытов необходимо учитывать класс опасности химических веществ. Класс опасности толуола – 3, бензола, дитиодихлорида и

сероуглерода – 2, а это значит, что работа с толуолом менее опасна, поэтому предпочтительнее. Растворимость серы в бензоле и толуоле при 25°C примерно равная, а с учетом класса опасности лучше выбрать толуол. Кроме того, по многим растворителям отсутствуют количественные данные о растворимости серы (например, это скипидар, ацетон, CCl<sub>4</sub>), что побуждает исследовать другие малоопасные неполярные или малополярные растворители.

### 3. Перекристаллизация

Перекристаллизация – метод очистки вещества, основанный на различной растворимости вещества в растворителе при разных температурах [17]. Это один из самых эффективных методов очистки твердых соединений.

Перекристаллизация подразумевает низкую растворимость вещества в растворителе при низких температурах, и высокую – при высоких. При нагревании вещество растворяется. После стадии горячего фильтрования (на которой удаляются нерастворимые примеси) и охлаждения образуется пересыщенный раствор, из которого растворенное вещество выпадает в виде осадка. После фильтрования осадка либо центрифугирования с последующей декантацией получают очищенное вещество.

Метод перекристаллизации имеет достоинство: высокая степень очистки. Однако метод имеет и недостаток: сильные потери вещества, всегда из-за ненулевой растворимости часть растворенного вещества остается в растворе и в осадок не выпадает, нередко потери составляют 40-50%.

Наилучшей жидкостью для перекристаллизации серы считается сероуглерод. Можно применить и толуол. Обычно в колбу наливают 0,2-0,3 л толуола, добавляют 20-30 г серы и нагревают до кипения. Смесь взбалтывают и фильтруют через пористый или стеклянный фильтр. После охлаждения фильтрата выпавшие мелкие кристаллики серы отфильтровывают, а фильтрат переливают в первую колбу с серой. Толуол снова нагревают и операцию повторяют до перекристаллизации нужного количества серы. От остатков толуола серу освобождают нагреванием до 60-70°C в вакууме. Для этого ее помещают в сосуд, соединенный с водоструйным насосом [18].

В промышленных условиях наиболее часто извлекают элементную серу из образцов неполярными и малополярными растворителями: ацетоном, сероуглеродом или тетрахлоридом углерода.

Тетрахлорид углерода имеет ряд преимуществ перед сероуглеродом: более высокая температура кипения (76°C) позволяет быстрее производить экстракцию, то есть

извлечение веществ из различных материалов при помощи растворителей (экстрагентов) в специальных приборах.

Навеску 0,5-2,0 г при содержании в образце не более 0,1% серы и 2-5 г при меньшем ее содержании обрабатывают тетрахлоридом углерода  $CCl_4$  в аппарате Сокслета (рис. 3) в течение 1-1,5 ч. Колбочку с раствором серы затем отсоединяют от аппарата и  $CCl_4$  отгоняют до объема 2-3 мл. Затем помещают на покрытую асбестом песочную баню и упаривают досуха при 75-80°C [2].



*Рис. 3. Аппарат Сокслета [18]*

Принцип работы аппарата Сокслета: пары растворителя, нагретые в колбе, поступая по боковой трубке в экстрактор, конденсируются в холодильнике, и образовавшийся чистый растворитель попадает в экстрактор (средняя часть), где находятся образцы породы. Когда уровень растворителя достигнет уровня верхней части сифонной трубки, растворитель по ней перетекает в колбу. Физическая сущность экстракции состоит в переходе извлекаемого (экстрагируемого) вещества из жидкой или твердой фазы в фазу жидкого экстрагента при их взаимном соприкосновении.

## **Экспериментальная часть**

### **1. Реактивы и материалы**

Для проведения опытов по перекристаллизации и получению кристаллов серы были использованы следующие реактивы и материалы: сера, гексан, n-амилацетат, четыреххлористый углерод, ксилол (все приведенные растворитель имеют чистоту ХЧ). Также было использовано оборудование: химические стаканы на 50 мл, мерный цилиндр на 25 мл, ртутный термометр на 100 градусов, весы электронные Pocket Scale MH 200/0,01 (предел взвешивания 200 г, точность 0,01 г), электроплитка, шпатель, стеклянная палочка.

### **2. Получение фотографий**

Объекты фотографировали с помощью камеры смартфона Xiaomi Redmi 4A, качество изображения 13 мегапикселей, а также камеры iPad 9.7, качество изображения 12 мегапикселей.

Для получения увеличенного изображения объектов и дальнейшего анализа фотографий изучаемых кристаллов использовали цифровой микроскоп Miview Microscope (увеличение 5x – 200x, качество изображения 2,0 мегапикселя, диапазон фокусировки от 8 мм до 300 мм, светодиодное освещение, USB выход).

## Обсуждение результатов

### 1. Определение лучшего растворителя для перекристаллизации

Для определения лучшего растворителя для перекристаллизации серы были проведены две серии опытов – с нагреванием и без нагревания. Первая серия опытов проводилась при нагревании.

**Опыт с четыреххлористым углеродом.** Для проведения опыта в стакан налили 10 мл четыреххлористого углерода, прибавили 5 г измельченной серы и нагревали на электрической плитке, перемешивая палочкой содержимое. При 65°C четыреххлористый углерод начал интенсивно бурлить. Доведя температуру до 73°C, нагревание прекратили. По мере охлаждения раствора в течение 10-15 минут из него начали выделяться кристаллы серы.

**Опыт с гексаном.** Для проведения опыта в стакан налили 10 мл гексана, прибавили 5 г измельченной серы и нагревали на электрической плитке, перемешивая палочкой содержимое. При 55-60°C гексан начал выкипать. Доведя температуру до 65°C, нагревание прекратили. По мере охлаждения раствора в течение 10 минут из него начали выделяться кристаллы серы, а через 40 минут весь гексан испарился.

**Опыт с n-амилацетатом.** Для проведения опыта в стакан налили 10 мл n-амилацетата, прибавили 5 г измельченной серы и нагревали на электрической плитке, перемешивая палочкой содержимое. При длительном нагревании n-амилацетат не закипал, на дне стакана сера начала превращаться в маслянистые капли (рис. 4). Нагревание продолжили, при температуре около 130°C n-амилацетат начал пузыриться. Сера, которая до этого времени растворялась плохо, начала заметно лучше растворяться. При температуре 139°C нагревание прекратили. При снятии с электрической плитки на дне стакана в течение минуты образовались кристаллы серы.



Рис. 4. Маслянистые капли расплавленной серы

**Опыт с ксилолом.** Для проведения опыта в стакан налили 10 мл ксилола, прибавили 5 г измельченной серы и нагревали на электрической плитке, перемешивая палочкой содержимое. При длительном нагревании ксилол не закипал, на дне стакана сера начала превращаться в маслянистые капли. Нагревание продолжили, при температуре около 125°C ксилол начал закипать. Растворимость серы плавно возрастала. При температуре 132°C нагревание прекратили. При снятии с электрической плитки на дне стакана кристаллы серы начали образовываться в течение 5 минут.

Результаты первой серии опытов, проведенных при нагревании, представлены в табл. 5.

*Таблица 5. Результаты опытов перекристаллизации серы при нагревании*

	Четыреххлористый углерод	Гексан	n-амилацетат	Ксилол
Объем растворителя, мл	10	10	10	10
Масса взятой для опыта серы, г	5	5	5	5
Температура растворения, °C	73	65	~140	~135
Масса растворенной серы, г	3,6	0,46	3,9	4,8
Растворимость на 100 г растворителя, г	22,5	7,025	44,52	55,68

Растворимость серы на 100 г растворителя при температуре опытов, указанная в табл. 5, посчитана на основании результатов опытов по формуле:

$$\text{Растворимость серы} = (m \times 100 \text{ г растворителя}) / (V \times \rho)$$

где  $m$  – масса растворенной серы,  $V$  – объем растворителя, взятого для опытов (10 мл),  $\rho$  – плотность растворителя.

Необходимые для расчетов свойства растворителей сведены в табл. 6 [20].

Данные растворители химически не взаимодействуют с серой. Однако температура кипения n-амилацетата и ксилола выше, чем температура плавления серы ( $T_{\text{пл.}} = 113 \text{ °C}$  [20]), что может привести к образованию маслянистой жидкости и затруднить очистку.

Таблица 6. Свойства растворителей

	Четыреххлористый углерод	Гексан	n-амилацетат	Ксилол
Температура кипения растворителя, °С	76,75	69	142	144
Плотность растворителя, г/см <sup>3</sup>	1,6	0,6548	0,876	0,862

По результатам серии опытов с нагреванием видим, что растворимость серы наибольшая в ксилоле, с ней сопоставима растворимость серы в n-амилацетате и четыреххлористом углероде, а в гексане растворимость значительно меньше, чем в перечисленных растворителях.

Вторая серия опытов проводилась без нагревания. Для проведения опытов в четыре стакана налили растворители: четыреххлористый углерод, гексан, n-амилацетат, ксилол. В каждый стакан добавили по 0,25 г измельченной серы. В течение 5 минут растворяли содержимое стаканов, помешивая палочкой. Затем отфильтровали остатки нерастворившейся серы на взвешенных фильтрах (каждый по 0,27 г).

Результаты второй серии опытов, проведенных без нагревания, представлены в табл. 7.

Таблица 7. Результаты опытов перекристаллизации серы без нагревания

	Четыреххлористый углерод	Гексан	n-амилацетат	Ксилол
Объем растворителя, мл	10	10	10	10
Масса взятой для опыта серы, г	0,25	0,25	0,25	0,25
Масса нерастворившейся серы с фильтром, г	0,29	0,28	0,29	0,28
Масса фильтра, г	0,27	0,27	0,27	0,27
Масса нерастворившейся серы, г	0,02	0,01	0,02	0,01

По результатам взвешивания видим, что изменения в массах фильтров оказались незначительными. Масса растворенной серы оказалась очень мала во всех четырех стаканах. Весы, используемые в опытах, имеют для нашей массы недостаточную точность (рис. 5), масса растворенной серы 0,01-0,02 г.



*Рис. 5. Весы*

По результатам серии опытов без нагревания видим, что растворимость серы во всех четырех растворителях при комнатной температуре небольшая. Следовательно, потери в маточном растворе при перекристаллизации серы будут небольшими.

Во всех растворителях возрастает растворимость очищаемого вещества при повышении температуры, что позволяет использовать вариант перекристаллизации с растворением при повышенной температуре и кристаллизацией при охлаждении.

Четыреххлористый углерод и ксилол являются умеренно опасными веществами (имеют 3 класс опасности), гексан и n-амилацетат являются малоопасными (4 класс опасности).

В результате проведенного сравнения мы выяснили, что наилучшим растворителем для перекристаллизации серы является ксилол.

## **2. Характеристики кристаллов, образующихся при перекристаллизации**

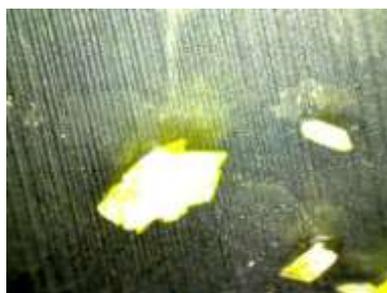
Перейдем к исследованию характеристик, полученных кристаллов при перекристаллизации серы в четыреххлористом углероде, гексане, n-амилацетате, ксилоле.

### **Опыты с четыреххлористым углеродом.**

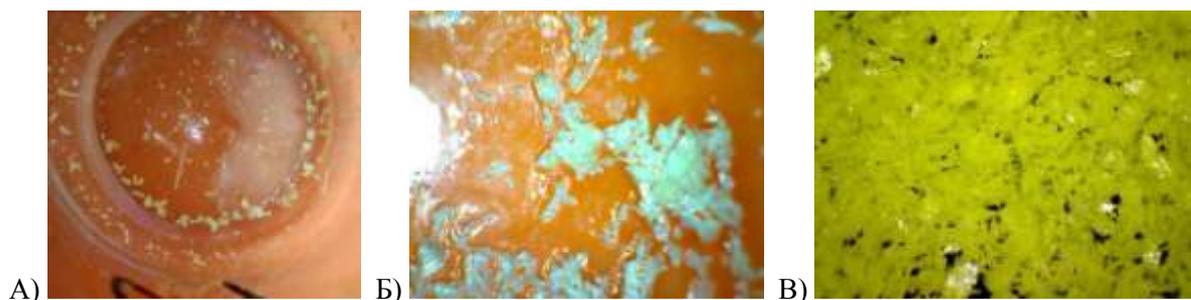
При охлаждении горячего раствора были получены небольшие, короткие, сросшиеся в пластинки кристаллы желтого цвета, некоторые кристаллики по форме ромбические (рис. 6). Исходя из этого, можно предположить, что при перекристаллизации серы в четыреххлористом углероде образуется ромбическая модификация серы. Кристаллизация представлена на рис. 7.

### **Опыты с гексаном.**

При охлаждении горячего раствора были получены более мелкие кристаллы, чем в опыте с четыреххлористым углеродом. Кристаллы серы представлены на рис. 8, 9.



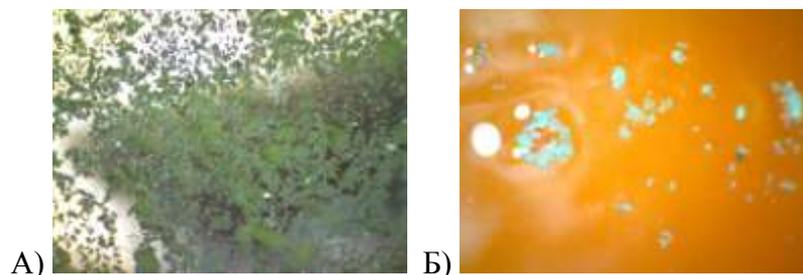
*Рис. 6. Ромбическая форма кристаллов при перекристаллизации серы в четыреххлористом углеводе (фото с использованием микроскопа)*



*Рис. 7. Кристаллы серы, выделяющиеся при охлаждении раствора в четыреххлористом углеводе: а) начало кристаллизации, б) начало кристаллизации (фото с использованием микроскопа), в) масса выделившихся кристаллов (фото с использованием микроскопа)*



*Рис. 8. Кристаллизация серы из гексана*



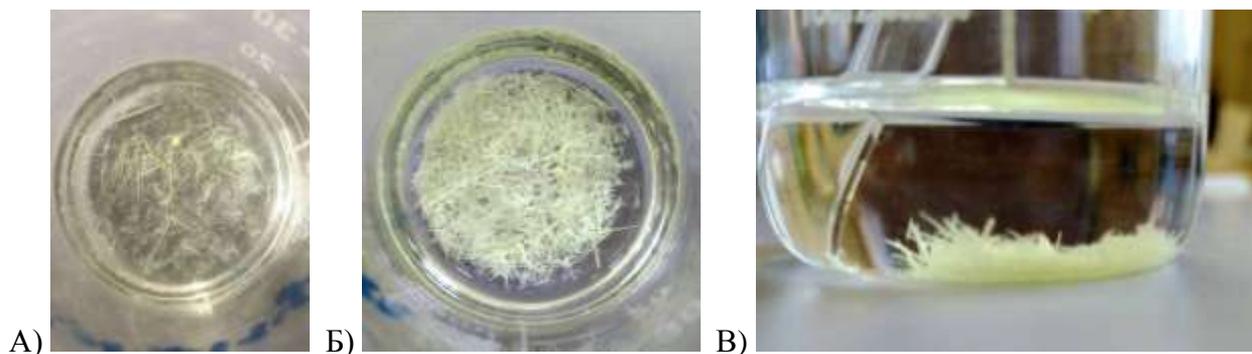
*Рис. 9. Кристаллы серы, выделяющиеся при охлаждении раствора в гексане (фото с использованием микроскопа): а) кристаллы на дне стакана; б) вид отдельных кристаллов на пластинке*

На фотографии, сделанной с использованием микроскопа (рис. 9б), видно, что форма кристаллов ромбическая, следовательно, можно заключить, что при перекристаллизации серы при нагревании в гексане образуется ромбическая модификация

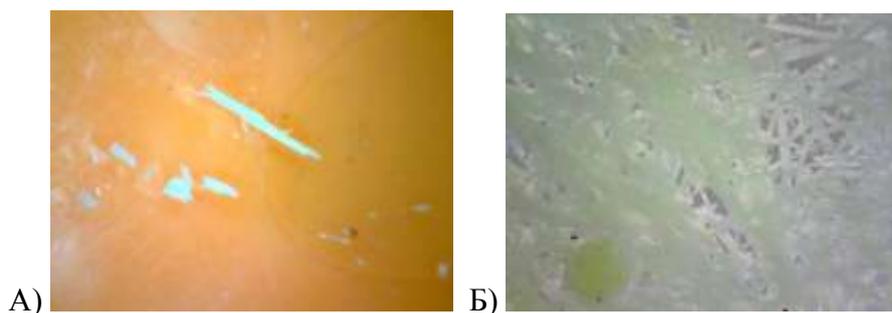
серы. Спустя продолжительное время кристаллы серы свою форму не изменили, что подтверждает устойчивость данной модификации серы.

#### **Опыты с п-амилацетатом.**

При перекристаллизации серы в п-амилацетате были получены иглообразные кристаллы моноклинной серы. Кристаллы длинные, тонкие, беспорядочно направленные иглы, их большое количество, кристаллы несросшиеся. Они представлены ниже на рис. 10, 11 .



*Рис. 10. Кристаллизация серы из п-амилацетата: а) начало кристаллизации, б) масса выделившихся кристаллов на дне стакана, в) вид сбоку*



*Рис. 11. Кристаллы серы, выделяющиеся при охлаждении раствора в п-амилацетате (фото с использованием микроскопа): а) вид отдельных кристаллов, б) масса выделившихся кристаллов*

Через два дня иглообразные кристаллы начали ломаться, опускаться, слипаться (рис. 12). При комнатной температуре начался переход моноклинной серы в ромбическую.

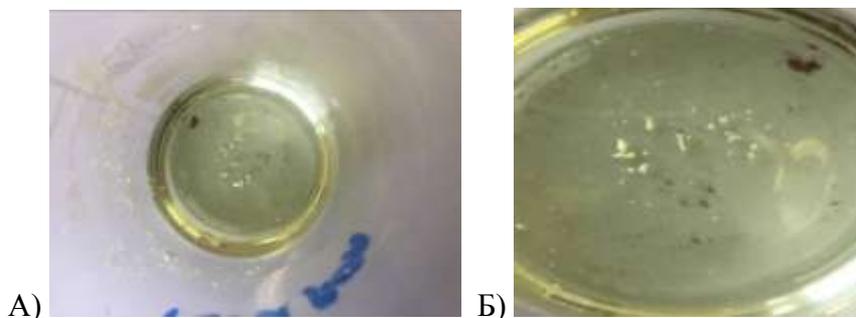


*Рис. 12. Процесс перехода моноклинной серы в ромбическую (кристаллы теряют форму и крошатся)*

Спустя неделю моноклинная сера практически полностью перешла в ромбическую.

#### **Опыты с ксилолом.**

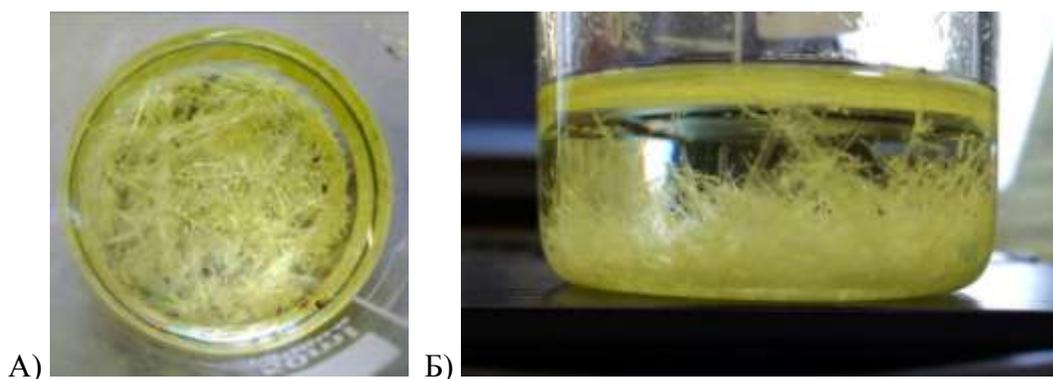
При перекристаллизации серы в ксилоле вначале выпали мелкие кристаллики (рис. 13), затем их количество быстро увеличивалось (рис. 14), и у стенок стакана стали вырастать длинные, широкие, плоские иглы моноклинной серы (рис. 15). Игольчатые кристаллы формировались упорядоченно, несколько игл имели одно место прикрепления.



*Рис. 13. Начало процесса кристаллизации серы из горячего раствора ксилола: а и б – разные ракурсы*



*Рис. 14. Рост иглообразных кристаллов серы в ксилоле при охлаждении*



*Рис. 15. Кристаллы серы, выросшие в ксилоле при охлаждении раствора: а и б – разные ракурсы*

Через 10 дней при комнатной температуре вся сера перешла в ромбическую.

## Выводы

1. Подобраны и апробированы малополярные растворители для перекристаллизации серы.

2. Определен оптимальный растворитель для перекристаллизации серы в лабораторных условиях – ксилол.

3. Проведена на практике перекристаллизация серы в малополярных растворителях.

4. Исследованы характеристики полученных кристаллов. При использовании в качестве растворителей гексана и четыреххлористого углерода образуется ромбическая сера. При применении n-амилацетата и ксилола была получена моноклинная сера, которая постепенно (в течение нескольких дней) перешла в ромбическую.

## Список литературы

1. Третьяков Ю.Д., Олейников Н.Н., Кеслер Я.А., Казимирчик И.В. Химия: Справочные материалы: Кн. для учащихся. / Под. ред. Ю.Д. Третьякова. – 2-е изд., перераб. – М.: Просвещение, 1989. – С. 112.
2. Бусев А.И., Симонова Л.Н. Аналитическая химия серы. – М.: Наука, 1975. – С. 7, 158, 159.
3. Ферсман А.Е. Занимательная геохимия. – Л.: Дет. лит., 1954. – С. 121, 125.
4. Ахметов Н.С. Неорганическая химия: Учеб. пособие для учащихся 8-9 кл. шк. с углубл. изуч. химии. – М.: Просвещение, 1988. – С. 190.
5. Глинка Н.Л. Общая химия: учебное пособие. – М.: КНОРУС, 2011. – С. 367-368.
6. Егоров А.С. Химия. Пособие – репетитор для поступающих в вузы. / 5-е изд. – Ростов-на-Дону: Феникс, 2003. – С. 393.
7. Никольский А.Б., Суворов А.В. Химия: Учебник для вузов. СПб.: Химиздат, 2001. – С. 269.
8. Егоркин В.Ф., Кирюшкин Д.М., Полоскин В.С. Внеклассные практические занятия по химии. – М.: Учпедгиз, 1959. – 113 с.
9. Фотографии химических элементов [Электронный ресурс]. <http://www.akimov-sale.ru/samorodnaya-sera> – Дата обращения 6.12.2017.
10. Фотографии химических элементов [Электронный ресурс]. URL: <http://dileo.ru/uploads/images/00/83/72/2013/03/13/cb14254622.jpg> – Дата обращения 5.12.2017.
11. Фотографии химических элементов [Электронный ресурс]. <http://900igr.net/kartinka/khimija/polimernaja-sera-v-tonkoj-pljonke-oblasti-primeneniya-i-tehnologija-poluchenija-166453/ooo-gubkinskij-inzhenerno-tekhnicheskij-tsentr-2.html> – Дата обращения 6.12.2017.
12. Богдан Т.В. Кристаллические структуры простых веществ-неметаллов. Учебно-методическое пособие к общему курсу «Кристаллохимия». – Баку, 2015. – С. 11-12.
13. Ромбоэдрическая, пластическая модификации серы [Электронный ресурс] (<http://webelements.narod.ru/elements/S.htm> – Дата обращения 6.12.2017.
14. Химическая энциклопедия. Сера. [Электронный ресурс]. [http://www.chemport.ru/data/chemipedia/article\\_3386.html](http://www.chemport.ru/data/chemipedia/article_3386.html) – Дата обращения 6.12.2017.

15. Рипан Р., Четяну И. Руководство к практическим работам по неорганической химии. – М.: Мир, 1965. – С. 286.
16. Травень В.Ф., Щекотин А.Е. Практикум по органической химии. Учебное пособие. – Чехов, 2015. – С. 65-66.
17. Перекристаллизация [Электронный ресурс] <https://ru.wikipedia.org/wiki/Перекристаллизация> – Дата обращения 5.12.2017.
18. Ключников Н.Г. Неорганический синтез: Учеб. пособие для студентов пед. инс-тов по хим. и биол. спец. – изд. 2-е перераб. – М.: Просвещение, 1988. – С. 168-169.
19. Аппарат Сокслета [Электронный ресурс] <https://noviksguide.wordpress.com/2017/01/04/оборудование-и-гаджеты/> – Дата обращения 5.12.2017.
20. Рабинович В.А., Хавин З.Я. Краткий химический справочник. – изд. 2-е испр. и доп. – Издательство «Химия» Ленинградское отделение, 1978. – С. 97, 294-297.