

播羊化学研究所の概要



略 歴

◆ 大阪府枚方市出身

ひつじどし
未年

→ 播羊



hitsuji 8 wk @ yahoo. co. jp

8月生まれ

◆ 1991年 京都工芸繊維大学 繊維学部高分子学科卒業

◆ 1994年 大阪大学大学院 工学研究科 修士課程修了

◆ 1997年 大阪大学大学院 工学研究科 博士課程修了

家内が戌年 (いぬどし)



◆ 京都工芸繊維大学ベンチャーラボラトリー 非常勤研究員

学

W=ワンちゃんなんか
K=こわくない!

◆ 大日本スクリーン製造株式会社 開発部員

産

◆ 産業技術総合研究所関西センター 科学技術特別研究員

官

◆ 株式会社ナード研究所 研究員

産

◆ ナガセケムテックス株式会社 研究開発部員

産

◆ 合同会社 播羊化学研究所 代表社員

産

曲がりなりにも“産”“官”“学”を経験

行く先々で…

会社は研究なんぞやらない!



ここは会社とは**違う!**

温室にいた人材は役に立たない!



ここは大学とは**違う!**



あくまでもサイエンティフィックな事象に乗っかって物事を構築するのだから、結局のところ、どこへ行って、何をするのも同じではないか?

ご依頼例



樹脂配合の検討

室温で硬化するエポキシ樹脂を探しています。これまで使っていた製品が廃版となり、後継品もないみたいです。少量から試したいです。



	1	2	3	4	5
A	×	△	×	×	×
B	×	×	×	△	×
C	△	△	△	△	×
D	○	○	×	×	×

市販の原料の中から、実績、汎用性、供給安定性などを踏まえて、エポキシ樹脂を4種類、硬化剤を5種類厳選しました。不要なファクターを減らし、配合はエポキシ樹脂と硬化剤と消泡剤のみのシンプルな内容でスクリーニング試験を実施しました。その結果、エポキシ樹脂がD、硬化剤が1あるいは2の場合が最適であることが判明しました。



突然廃版となり、かなり慌てました。急いでいくつか委託先を探したのですが、少量で細かい作業をやってくれるところがなく、困っておりました。樹脂硬化物を使う事業が継続できることになり、非常に喜んでおります。





詳しい報告書もお付け致します!

ジフェニルエーテルスルホンの合成

2018年5月21日
 合同会社 播摩化学研究所
 代表社員 辻村 豊

1. 目的

図1にあります、ジフェニルエーテルスルホンの合成のご依頼がございましたので、実施致しました。

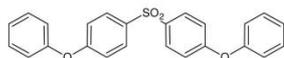
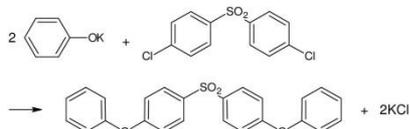


図1 ジフェニルエーテルスルホン

2. 手法

ご依頼側からの処方等の詳細な提示がございませんでしたので、調査から始めました。その結果、実験化学講座、4版、28巻、高分子合成、p.357-358 (付録参照)の【実験例 5・10】を参考とし、スキーム1に示す合成経路を考察致しました。



スキーム1 ジフェニルエーテルスルホンの合成経路

スケールは上記参考例のスケールをそのまま適用し、ビス(4-クロロフェニルスルホン)=0.1mol、28.7gでスタート致しました。

なお、参考例からの変更点として以下のように計画致しました。

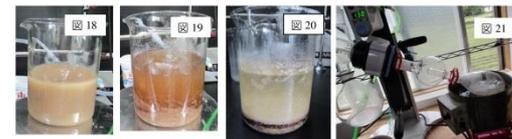
- ① 2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパン(別名:ビスフェノール A)をフェノールにしました。
- ② ビス(4-クロロフェニルスルホン)とフェノールの官能基量を含わせるためにフェノールを2,2-ビス(4-ヒドロキシフェニル)プロパンの2倍 mol 量としてモル当量を含わせ、更に反応を確実に進めるために2割過剰としました。具体的には $0.1 \times 2 \times 0.24 = 0.24 \text{ mol} = 22.5864 \text{ g}$ 、28.6g としました。
- ③ なお、フェノールを1.2倍に増量したことに合わせて硫酸ナリウムも1.2倍(17.25×1.2=20.7g)
- ④ 目的物はポリマーではなく、低分子であるため、沈殿工程等を経ずに、一般的な処理方法であるジエチルエーテル抽出、水洗(KCl、Ar-OKを除去)、NaOH水洗浄(未反応フェノールを除去)で精製することに致しました。

3. 結果

(1) Ar-OKの合成

フェノール (mp=43℃) は熱風乾燥機(設定=60℃)にて予め加熱・融解させておきました。(図2)

図3に示すように、Dean-Starkトラップを備えた装置構成で、ビス(4-クロロフェニルスルホン)=28.7g、フェノール=28.6g、硫酸ナリウム=20.7g、ジメチルアセトアミド(DMAc)=150ml、トルエン(75ml=容積内、25ml=Dean-Starkトラップ部)を仕込み、還流させました。還流促進のために、Dean-Starkトラップ部の外側にポリ布をアルミ箔で包んだ手製の断熱材を巻いて保温しました。(図4) 還流時はオイルバス温=150℃、内温=127℃でした。(図5)

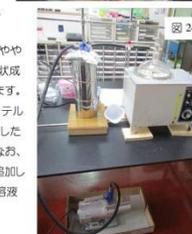
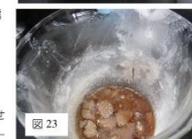
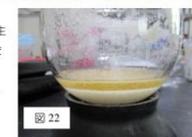


その結果、白色の結晶性と思しき固形分と、黄色の上澄みが生じました。(図22) 上澄みはDMAc層である可能性が高く、まずは高沸点であるDMAcの除去を優先することにしました。黄色の上澄みをデカンテーションで取り除き、スターラーベースとメタノール50mlをナスフラスコへ入れ、洗浄することで、DMAcの除去を試みました。

メタノール攪拌後、ろ過を行いました。しかしながら、ろ紙が濡れて乾燥困難ゆえ固形分取り出し時にろ紙破損が予想できたため、ろ紙ごと減圧乾燥(60℃)させました。

一方、ピーカーに残った側も白色固形分が多数存在していたこと(図23)から、同様にメタノールで洗浄後、ろ過しました。ここでもろ紙が濡れ過ぎていたため、同様に減圧乾燥(60℃)させました。(図24)ここで上澄み由来部分をサンプル1、ピーカー残留由来部分をサンプル2と称することに致します。(図25、減圧乾燥後)

サンプル1は白色で16.45gでした。サンプル2は36.72gで、やや着色していました。これは図23に見られますように、茶色の液状成分由来の着色、おそらくDMAcが原因ではないかと考えられます。ろ過物を水洗およびアルカリ水洗を行うためにジエチルエーテルに溶かそうと、マグネチックスターラーを用いて激しく攪拌しましたが、不溶部分が残りました。これはサンプル1と2、同じでした。なお、図26はサンプル2の場合です。そこで、ジエチルエーテルを追加したり、蒸留水を添加したりしましたが、露状の中間層が発生し、溶液層同士での分離はできませんでした。(図27)

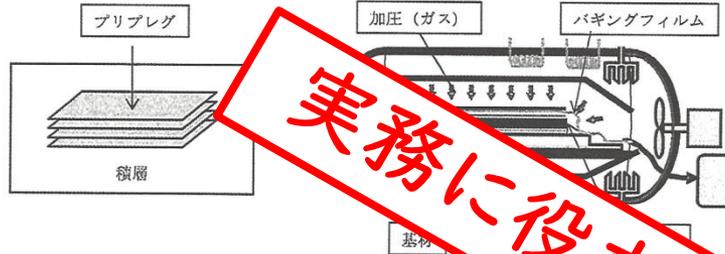


1 固形分を少量取り出し調べたところ、メタノールへの溶解性が低いと見られたために、メタノールを選択しました。

オートクレーブ法

相手型を押すのではなく、**高圧気体**で押す。

力が隅々まで行き渡り、良好な成型ができる。



※平野啓之、熱硬化性CFRPの成形法と材料への要求、ネットワークポリマ

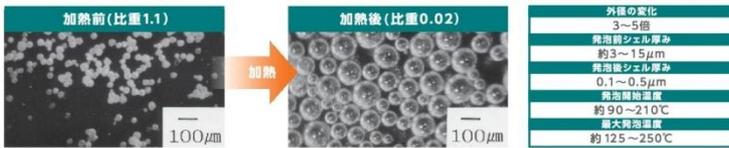
オートクレーブ法の問題点



※羽生田製作所HPより

装置が高価である上に、容積も限られている。
⇒意外と狭い。

熱膨張性マイクロカプセルの登場！

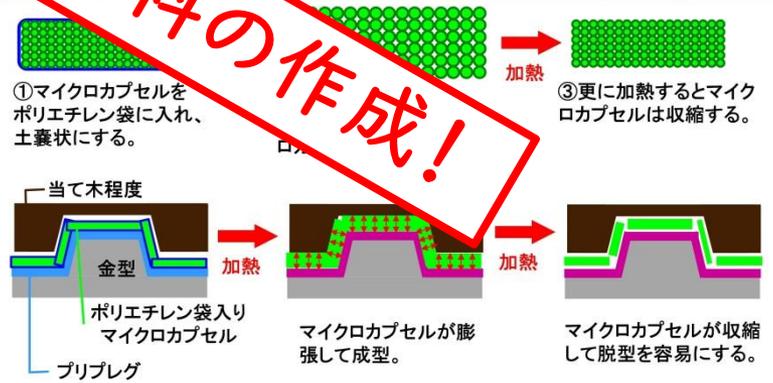


マイクロカプセルが熱膨張する力で成型!!!

ヘタリ現象により再び縮小

※クレハマイクロスフェアのカタログより

マイクロカプセルを使って成型



①マイクロカプセルをポリエチレン袋に入れ、土嚢状にする。

③更に加熱するとマイクロカプセルは収縮する。

金型
ポリエチレン袋入り
マイクロカプセル
プリプレグ

加熱
マイクロカプセルが膨張して成型。

加熱
マイクロカプセルが収縮して脱型を容易にする。

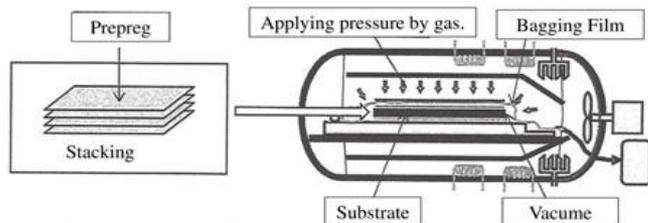


海外にも展開したい!



Autoclave method

Pressing by high pressure air or gas. → The power spreads to every corner and good molding can be done.



※平野啓之、熱硬化性CFRPの成形法と材料への要求、ネットワークポリマー、Vol.36、No.1、2015、p.38-46

The problem of Autoclave method



※羽生田製作所HPより

The equipment is high expensive.
The equipment inside is too small.

Thermal expandable microcapsule!

Changeing of outer diameter
3-5 times
Thickness of shell (before forming)
about 3-15µm
Thickness of shell (after forming)
0.1-0.5µm
The temperature at starting forming
about 90-210°C
Temperature at max forming
about 125-250°C

Before heating (specific gravity=1.1) → Heating → Before heating (specific gravity=0.02)

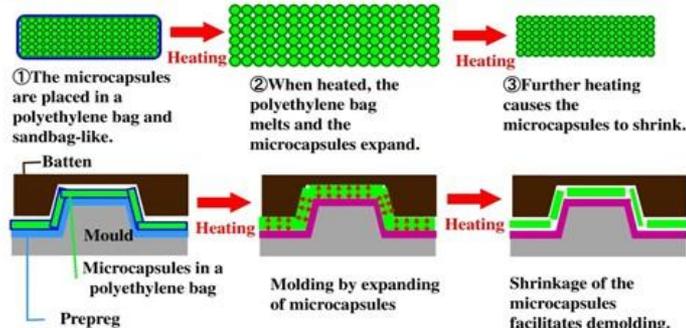
Shell=Thermoplastics
About 15-50µm
Internal=Mainly aliphatic hydrocarbons

Expansion! → Cooling → Solidification of the shell stabilizes the shape.
Further Heating → It shrinks due to internal gas leakage.

※クレハマイクロスフェアーのカタログより

This power is available for molding!

Molding with microcapsule



ご依頼例

実験結果を直ぐにチラシ化

実験結果

ミキサーセトラー(分液漏斗のフロー化)

分液漏斗だと...

問題点

- ガラス容器を振り回すので危険。
- ガスが多く発生すれば処理液が激しく飛散。
- 作業員の力量で結果に差が出る。
- 容器を振り続ければ非常に疲れる。
- 工程が途切れて、連続化できない。
- 自動化が難しい。

そこで、ミキサーセトラーで一気に解決!

- 装置は固定。
- 少量ずつ処理するのでガスが発生しても問題なし。
- 条件は数値で設定するので誰がやっても同じ。
- 人力はほとんど必要ない。
- 工程を連続化できる。
- 自動化可能。

Y字ミキサーとセトラーを一体化!

実施例

安息香酸 ナフレン
ジエチルエーテル溶液

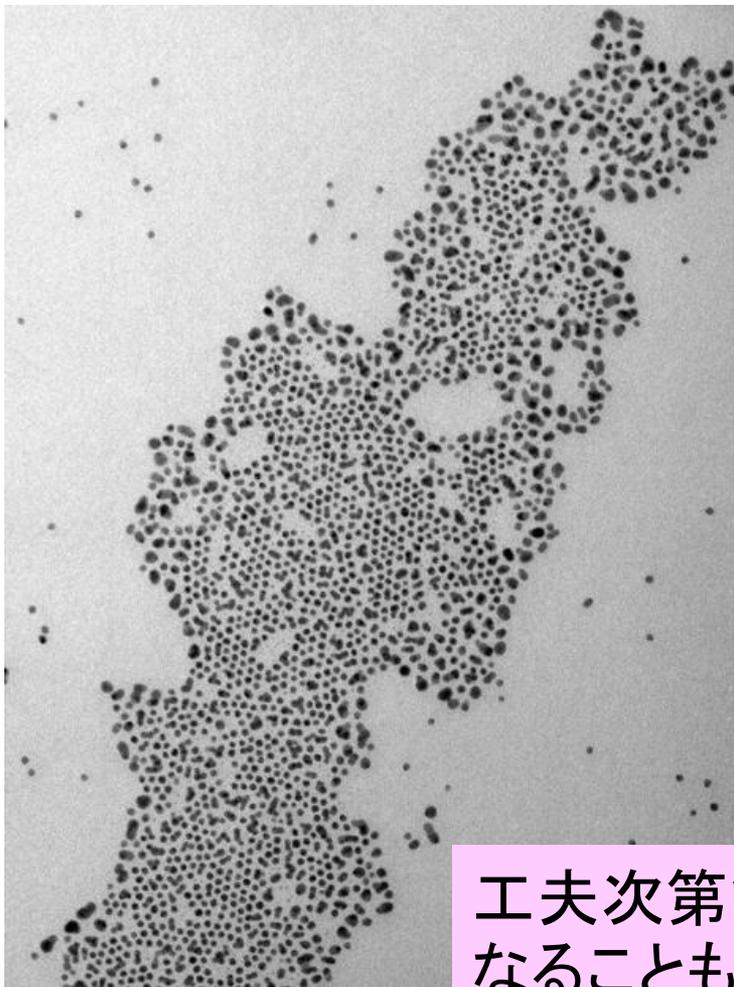
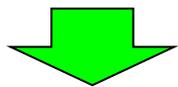
目的物

ジエチルエーテル溶液

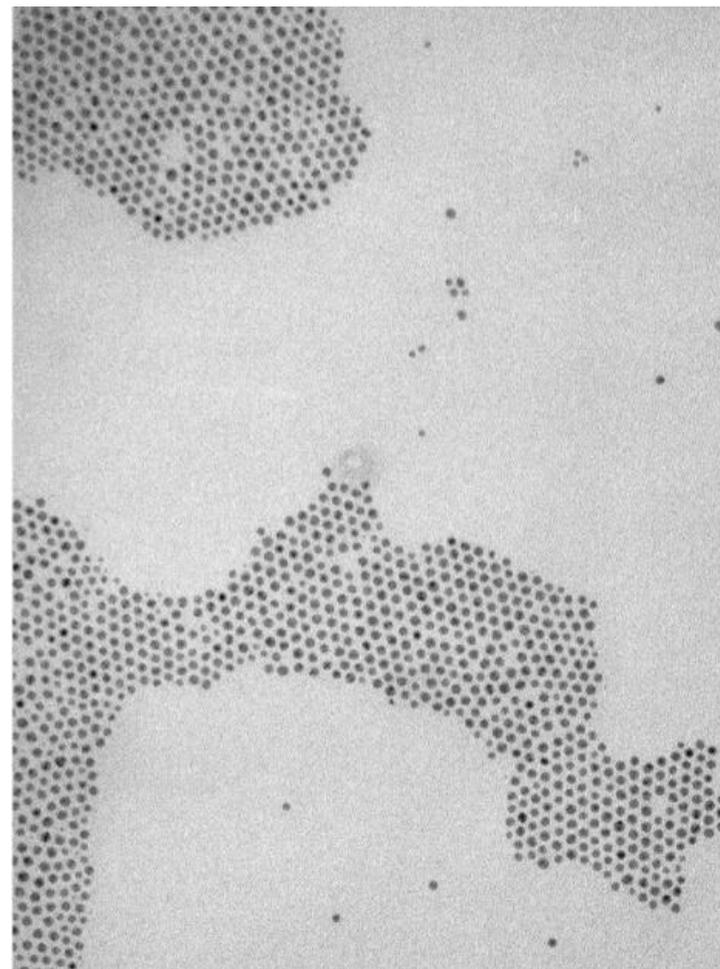
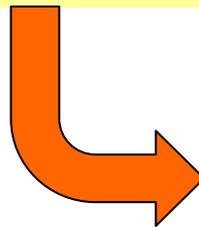
COO⁻Na⁺ 水溶液

微粒子の作製方法を学びに某大学へ 数百万円の装置利用

その場その場で
最高の絵を描く



持ち帰り、手元にあった数万円の
器具類で一工夫して試作したところ...



工夫次第で何とか
なることもありました。

技術報文

(1997年10月20日受付・1998年3月16日受理)

コラーゲン・フィルムの塩水-水中における収縮-回復挙動

その場その場で
最高の絵を描く

Vol.7(1998)

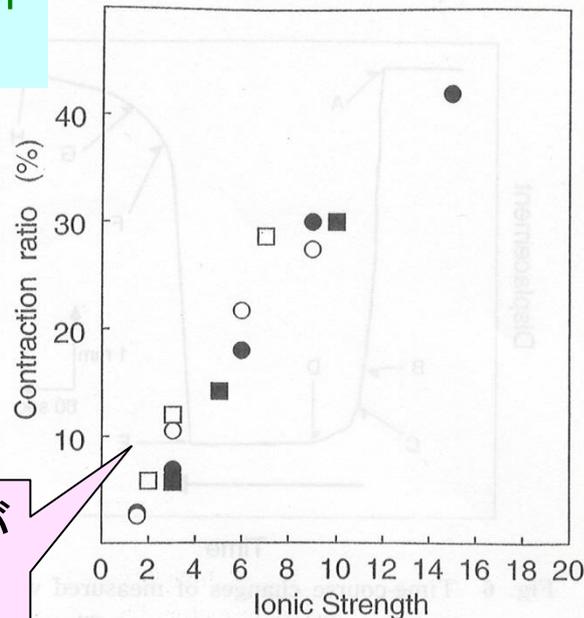
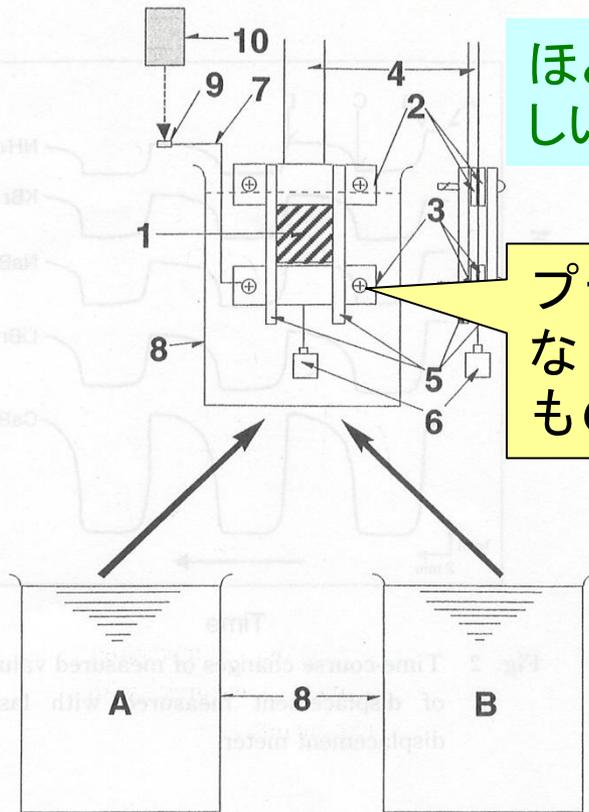
387

京都工芸繊維大学大学院ベンチャー・ラボラトリー 辻村 豊
京都工芸繊維大学繊維学部 中島 勝

ほとんど何も置いていない新しい実験室で頑張りました!

プラ板、釣り道具の重りなど、簡単に入手できるものだけの構成でした。

当時、学会でも論争があった問題に対して、一石を投じました。

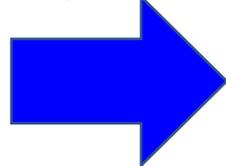


5 Contraction ratio to ionic strength of salt solutions.

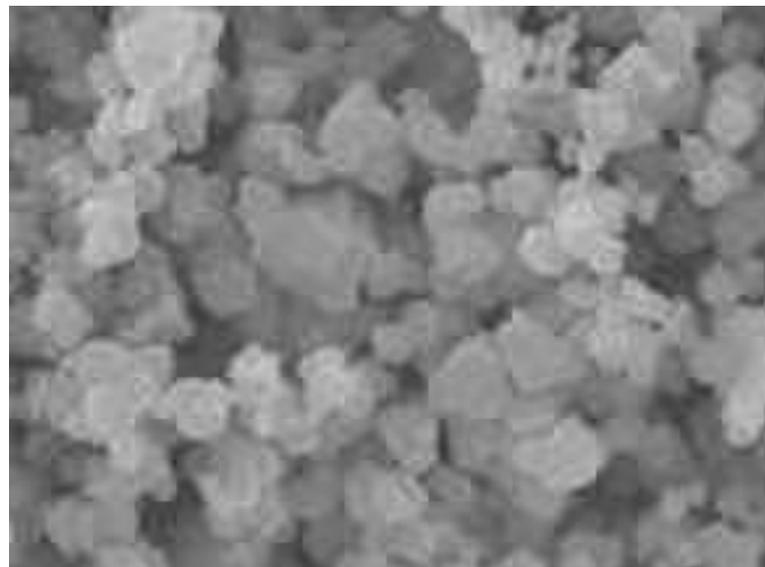
(○): CaBr₂, (●): CaCl₂, (□): LiBr, (■): LiCl

SEMは適切な条件で操作しましょう!

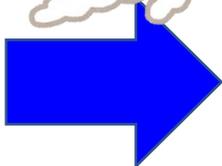
分析へのこだわり



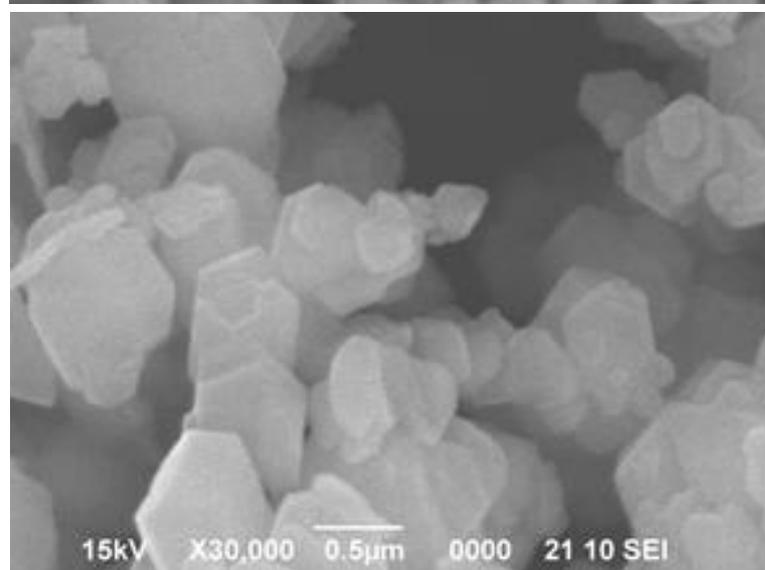
測定条件
最適化



装置のサービスマンの方
から、徹底的に使い方を
教えてもらいました!



更に
測定条件
最適化



その場その場で
最高の絵を描く

学会の懇親会等でよく聞こえて来た会話¹³



教授、中小企業の相手、相変わらずやってるの？



これはこれは工業技術センター長、そうなんだよ。どうせしょーもないことしか言ってこないから、困ったもんだよ。



だよね？だったら、中小企業の連中、何も知らないから、適当なことやっというて、お金だけ巻き上げれば？
こっちもそうしているよ。



そうそう、それに限るよ。

いささか大袈裟ですが...



実際に遭遇したお話



大学に製品の評価を頼んだけど、本当のところが良いかわからなくて困っているのですが…



大学からの報告書を精査したところ、全く見当違いな検討が多数為され、更には初歩的にも間違った解釈や考察など、ずさん極まりない内容だったことが発覚しました。しかも、大学には代金として既に数百万円が支払われており、詐欺同然の被害???となっておりました。再度の検討と、今後大学等への相談についてはご一緒させて頂くことをご提案致しました。

コンサルティングの極意？



- その場その場で最高の絵が描けるように努力します。
- 昔取った杵柄のみに頼らず、雑誌などから、最新の情報を常に仕入れるようにします。
- 例えば、『マイベストプロ+播羊化学研究所』で検索！⇒『雑誌会の部屋』をクリックして下さい。
- あくまでもサイエンティフィックな考え方で臨みます。
- 自社実験室も整備し、迅速に対応しております！
- フットワークが軽く、どこへでも積極的に参上致します。



かゆいところに
手が届く!



お気軽にお問合せ下さい!

合同会社 播羊化学研究所

〒678-0091 兵庫県相生市矢野町榊272-1

TEL&FAX 0791-29-1015 携帯 090-8938-1370

e-mail: hitsuji8wk@yahoo.co.jp