

環境安心イノベーションプログラム  
「有害化学物質リスク削減基盤技術研究開発」  
事後評価分科会

プロジェクトの詳細説明(公開)  
平成21年11月12日(木)

研究開発項目:インプラント技術

- B-(2) 革新的水性塗料の開発
- B-(3) 溶剤フリー塗装技術の研究開発
- B-(4) 有害廃棄物フリー高効率エステル合成  
プロセスの開発
- B-(5) 革新的塗装装置の開発

環境安心イノベーションプログラム  
「有害化学物質リスク削減基盤技術研究開発」  
事後評価分科会

プロジェクトの詳細説明(公開)  
平成21年11月12日(木)

研究開発項目:インプラント技術  
B-(2):「革新的水性塗料の開発」

PL : 山口東京理科大学 教授 戸嶋直樹  
委託先: 日本ペイント株式会社

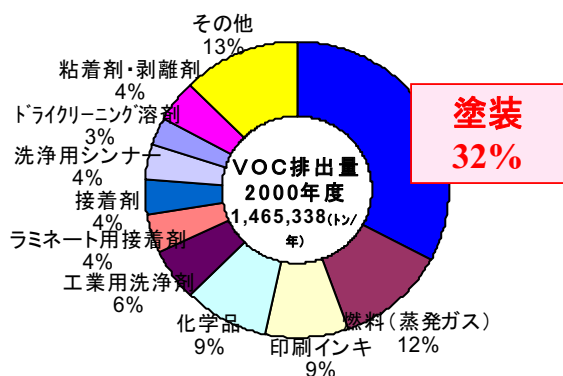
3. 研究開発成果について (1)目標の達成度

公開

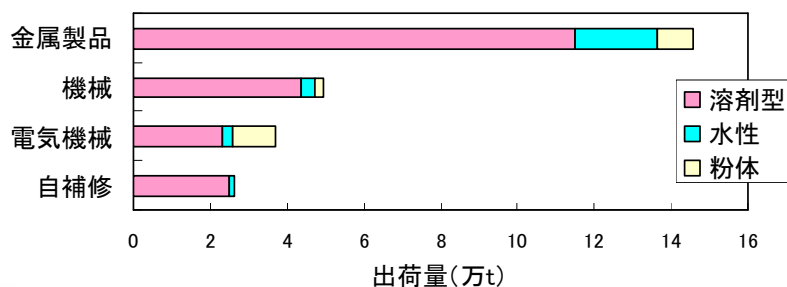
I-1.研究開発の背景

国内固定発生源 (2000年度;環境省H19/3)

塗装分野別 (2004年度;日塗工データ)



大企業は、独自の対策(水性化、設備対応など)が可能であるが、  
中小企業(35%) **溶剤型⇒課題**



## I -2.なぜ、中小企業で遅れているか？

1. 乾燥性が遅く、生産性が落ちる
2. 空調設備や予備乾燥設備など大きな投資が必要



溶剤型と同様の設備、生産性で塗装できれば、中小企業での水性化への置換が進む！

## II -1.研究開発の目標と方針

**目標：溶剤系塗料と同様の環境で塗装でき、かつVOCの少ない革新的水性塗料の開発**

方針1) 塗料中のVOC含量を最小量にする



目標値  
塗料中VOC含量  
5%以下

方針2) 塗装作業性(塗装工程)が溶剤型と同じプロセス(塗装にかかる余分なコストをかけない)



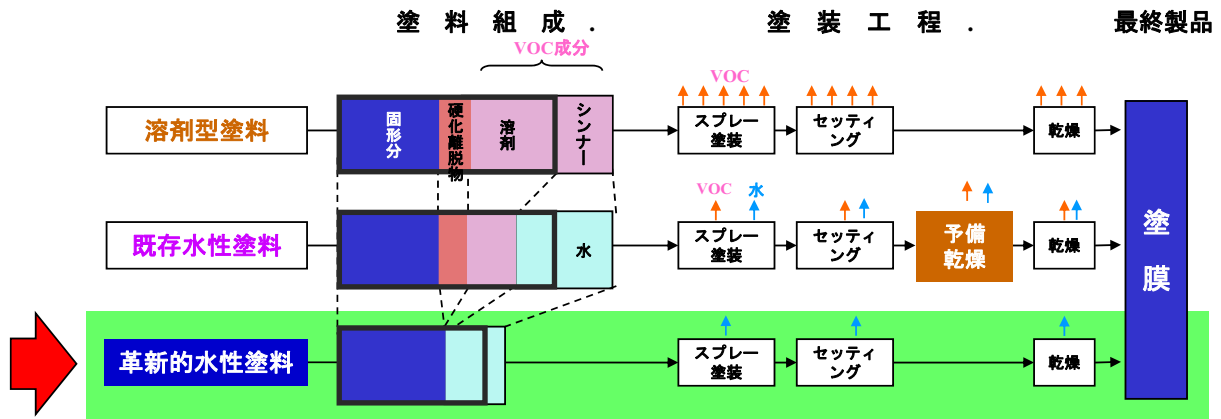
目標値  
塗料固形分濃度  
60%以上



水分蒸発のためのエネルギー(プレヒート)をなくす=低水分量

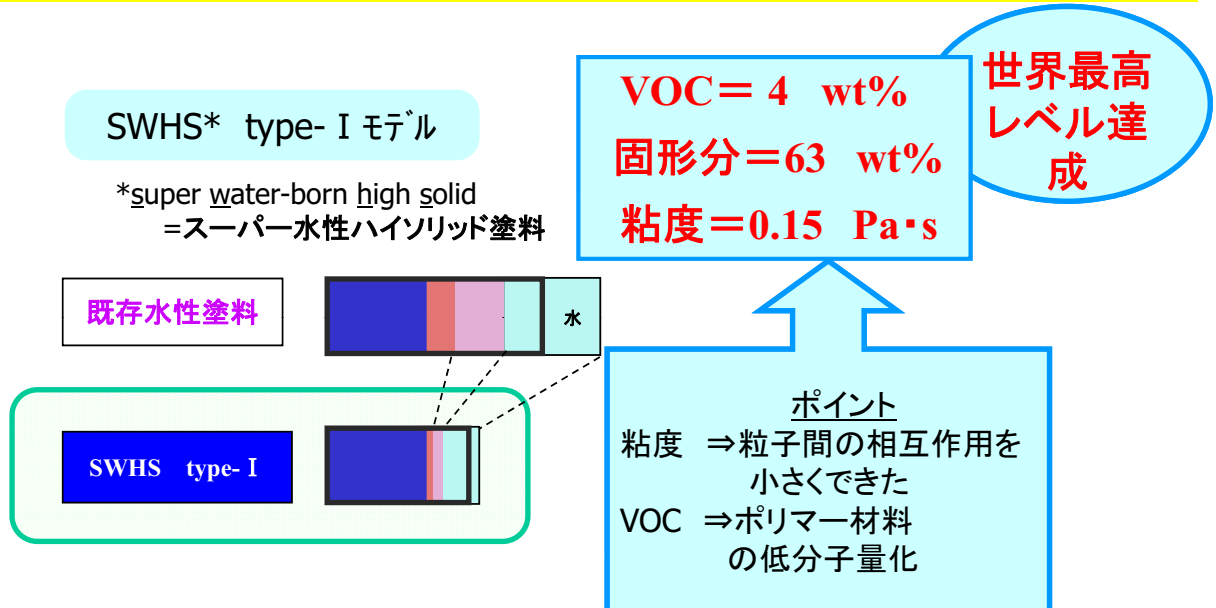
## II-2.従来技術と目標のイメージ図

低VOC・高固形分水性塗料で予備乾燥が不要



## III.成果(塗料)

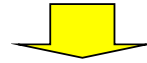
成果:低VOC型高固形分低粘度水性塗料のプロト完成



### Ⅲ.成果(ライン適性)



- ◆ラボの検討結果が再現
  - ・塗装膜厚 1.7~2.0倍
  - ・速乾性



塗装作業性の目標を達成した。  
膜厚;50μ以上ワキ・タレなし  
プレヒート;なし



- ◆課題も明確になった  
⇒光沢が低い

大手鋼製家具メーカー  
にてテストを実施(2007.9)

### Ⅲ. 成果:VOC削減効果(試算)

一般工業用塗装市場  
(金属製品/機械/電気機械分野)

溶剤系生産量

18.2万t\* + 希釈、洗浄溶剤 5.4万t\*



- 1.溶剤系塗料の50%がVOC、
- 2.すべて、水性に置換されると仮定する。

VOC削減量

約14万t/y

(18.2 × 0.5 + 5.4 - 0.7\*\*)

\* 05年度日塗エデータより  
\*\*0.7は革新的水性塗料に  
含まれる溶剤量

### Ⅲ.成果:知的財産権等の取得状況

発明の名称	出願番号	出願日	出願者	公開	公開	審査請求	登録番号	登録日
塗装物の製造装置及び塗装物の製造方法	2006-103272	2006/4/						
顔料分散型水性塗料組成物	2006-099869							
エマルジョンおよびその製造方法、ならびに該エマルジョンを用いた水性塗料組成物	2006-099870							
エマルジョンおよびその製造方法、ならびに該エマルジョンを用いた水性塗料組成物	2006-098803							
カルボジイミド化合物、硬化剤及び硬化性樹脂組成物	2006-099870	2006/3/31						
硬化性樹脂組成物	2006-099871	2006/3/31	日本ペイント(株)	2007-270047	2007/10/18	2008/12/8		
硬化性樹脂組成物	2006-099872	2006/3/31	日本ペイント(株)	2007-270048	2007/10/18	2008/12/8		
水性塗料組成物	2008-022809	2008/2/1	日本ペイント(株)	未定	2009/10/頃			

特許出願; 9件  
 審査請求中; 7件  
 放棄; 1件  
 未公開; 1件  
 成果を特許出願している

### Ⅲ.成果の普及:研究発表

	雑誌名	査読	タイトル	発表者
2005/11	化学物質と環境 No.74 6-7	無	低VOC塗料の開発に向けた取組みと課題	石井敬三
2006	VOC排出抑制の手引き	無		安藤研司
2007/3	テクノコスモス Vol. 20			
2007/3	テクノコスモス Vol. 20			石井敬三
2007/6	J.colloid and Interface Science	有	Colormetric Study Interact of Water-Soluble Copolymers with Ionic Surfactant	Dr.Hu Yan(東京理科大)

研究論文は  
 5件発表  
 (査読付1件)

### Ⅲ.成果の普及(学協会・講演会)

発表年月日	学協会名・講演会名等	タイトル	発表者
2006/1/27	平成17年度VOC排出抑制推進セミナー	VOC排出抑制の取組事例について	安藤研司
2006/2/3	第1回エコケミカルシンポジウム	革新的水性塗料の開発	石井敬三
2006/6/26～6/30	Coatings Science International 2006	Molecular Weight Control of Waterborne Acrylic Resins	青木啓
2006/9/5～9/6	色材研究発表会		青木啓・上田栄
2006/10/7～10/9	第42回熱測定討論会		青木啓・桑樹
2006/11/18	日本化学会2006西日		青木啓・桑樹
2007/20/16	平成18年度技術セミナー		青木啓
2007/7/20	高分子講演会		青木啓
2008/2/15	産業構造審議会		青木啓
2008/2/27	エコケミカルシンポジウム	革新的水性塗料の開発	青木啓
2008/3/8	第8回GSCシンポジウムポスター発表	革新的水性塗料の開発	青木啓
2008/3/26～30	日本化学会春季大会	革新的水性塗料用水溶性グラフト高分子とその等温滴定熱量測定	川満大河(東京理科大)
2008/12/11～13	エコプロダクツ2008	革新的水性塗料の開発	青木啓
2009/3/30	日本化学会春季大会産学交流委員会	ハイソリッド水性塗料	青木啓

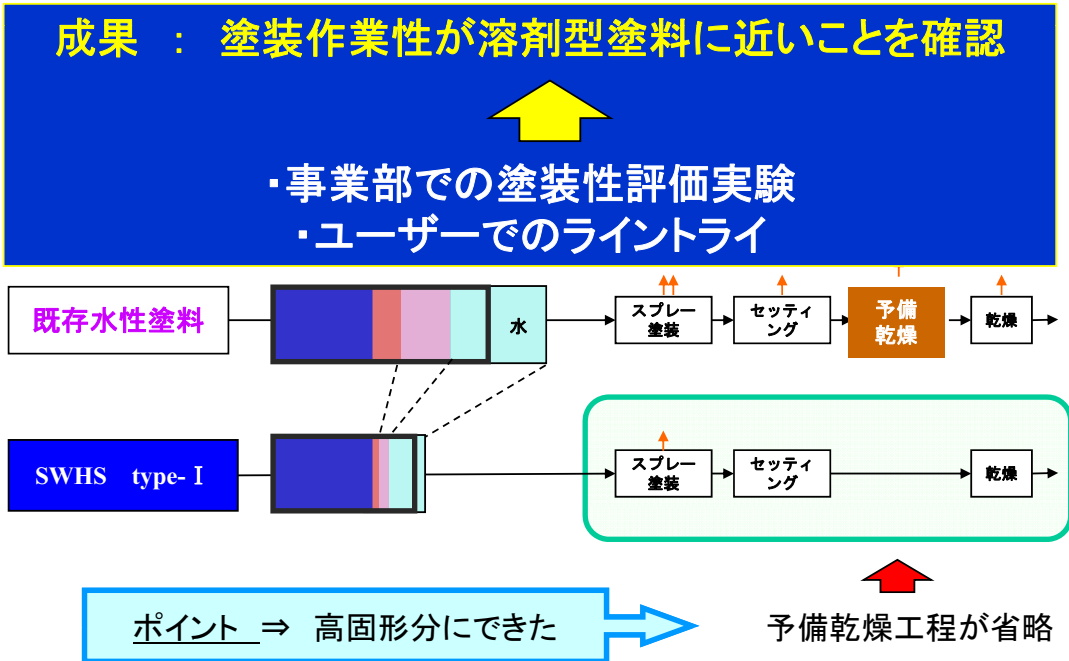
口頭発表(ポスター発表を含む)は14件に上り、普及活動を推進した。

### Ⅲ.成果の普及(新聞記事・プレス発表)

発表年月日	発表媒体	記事内容
2005/7/13	塗料報知	
2006/2/24	化学工業日報	
2006/4/5	ペイント&コーティングシステム	環境負荷低減の取り組みの必要性
2007/8/11	日刊工業新聞	塗り替える歴史 日本ペイント
2007/9/14	日本経済新聞	水性塗料 有機溶剤を大幅削減 日本ペイント 含有率3-4%

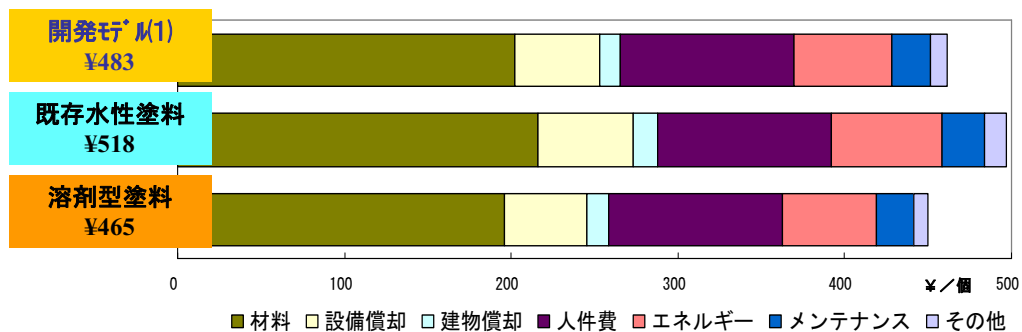
5新聞に取り上げられ一般人への普及にもなった。

### IV. 実用化の課題(塗装作業性)



### IV. 実用化; コスト試算

開発モデル(1)のトータルコストは溶剤型に近い



開発水性塗料のトータルコストは、溶剤型に近く、コスト競争力がある。臭気・火災危険などが回避可能など、周辺環境へのメリットが打ち出せる。



### IV. 実用化検討(中小塗装会社ラインテスト)



- ☆一度に厚付け出来、下地カバー性に優れる
- ☆塗料臭気がない
- ☆塗装ガンの洗浄性など問題なし
- ☆タレ、ワキ; 通常膜厚で問題なし(61μ; ×)
- ☆塗装肌が荒れて平滑性に欠ける

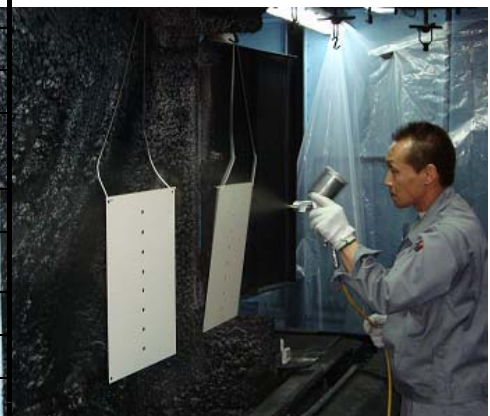
中小の塗装会社で塗装実験  
(2008.02 N工作所)  
⇒水性塗料の使用実績がなく、  
空調などの環境設備のない  
塗装会社



乾燥が早くレベリング  
性に劣るがプレヒートな  
どの乾燥設備は不要で  
あった。

### IV. 実用化検討(中小塗装会社ラインテスト)

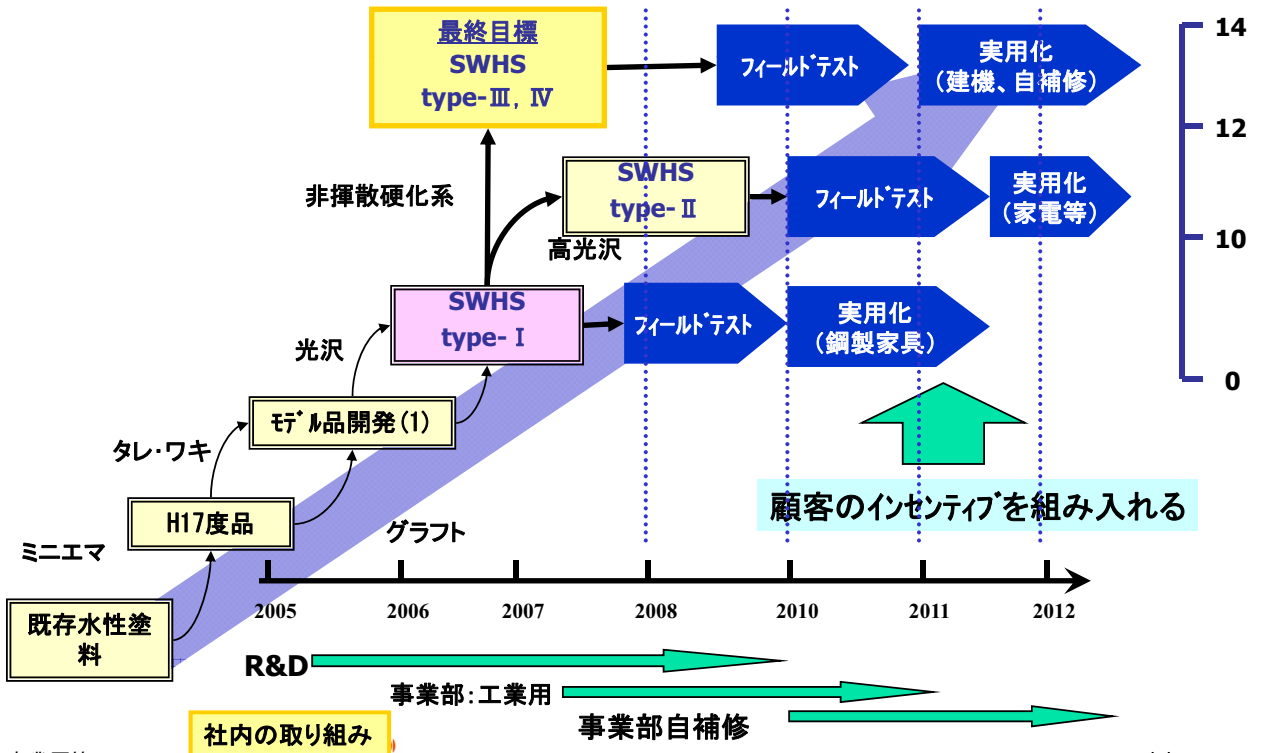
		開発塗料	現行塗料
塗料 特徴	NV	62%	53%
	VOC	4%	11%
	高シェア粘度(せん 断速度=1000/sec)	0.04Pa・s	0.28Pa・s
塗 装 性*	膜厚	○	○
	ガン洗浄性	○	○
仕 上 が り *	タレ	△	○
	ワキ	△	○
	スケ	○	○
	ぬれ・ハジキ	○	○
	肌	△	○
	平滑性(Ra)	0.1	0.1



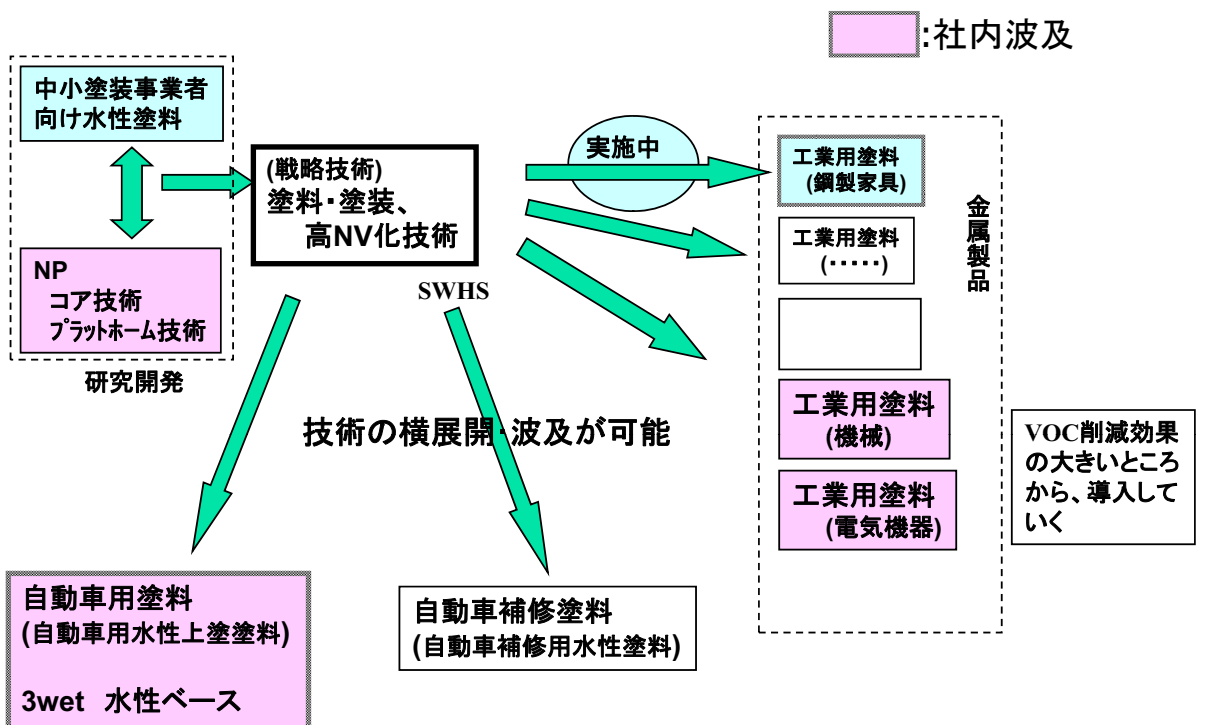
溶剤系の感覚で塗装可能。現行がより溶剤系に近いが乾燥性は開発  
品が早い。外観の課題は、添加剤の調整で改良可能。

# IV.実用化:今後のロードマップ

VOC削減量  
万t



# IV. 応用波及



環境安心イノベーションプログラム  
「有害化学物質リスク削減基盤技術研究開発」  
事後評価分科会

プロジェクトの詳細説明(公開)  
平成21年11月12日(木)

研究開発項目:インプラント技術  
B-(3) 溶剤フリー塗装技術の研究開発

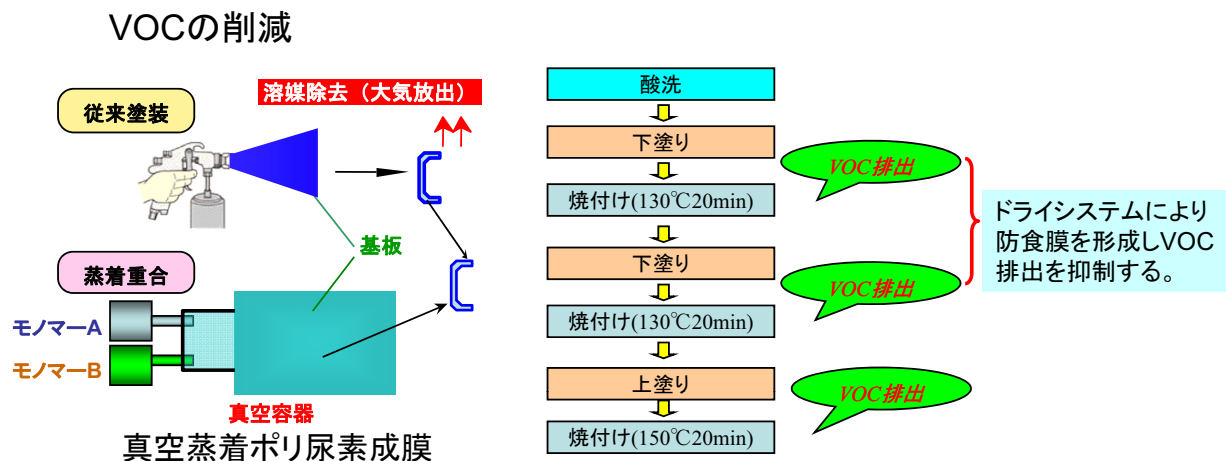
PL : 日本金属(株) 常務取締役 山崎一正  
委託先:シルバー精工(株)

SILVER REED

3. 研究開発成果について (1) 目標の達成度

公開

本開発の背景



VOC削減効果で地球環境に優しい技術

SILVER REED

## 開発目標および達成状況

### ◎防食塗装におけるVOCの排出全廃

研究項目および達成度

1. 塗膜材料の開発

⇒ 数種類のモノマー組み合わせから耐食性の優れた1種に絞り込みをおこなった。

1・均一被覆技術の開発

開発目標値：膜析出速度0.2 $\mu$ m/min  
板状基板表裏平均膜厚 $\pm$ 20%以内  
100mm $\times$ 75mm板状基板内膜厚分布 $\pm$ 10%以内の達成



膜析出速度1 $\mu$ m/min  
板状基板表裏平均膜厚 $\pm$ 5%以内  
100mm $\times$ 75mm板状基板内膜厚分布 $\pm$ 10%以内

1・蒸着重合装置を用いた実証研究

開発目標値：48時間の塩水噴霧試験に耐える耐食性



48時間の塩水噴霧試験により実用レベルの耐食性を確認

### 世界初のポリ尿素蒸着重合均一被膜技術確立

マグネシウム合金(単一形状)に対する薄膜皮膜

1・モノマー組合せの開発から初め、マグネシウム合金に対し1 $\mu$ m以下でも、耐食性・密着性の問題を克服し、均一薄膜成膜を可能にした。

1・マグネシウムツイーター(スピーカー)における、真空槽内蒸着重合方法の成膜技術最適化の確立により、単一形状構造物への量産化を可能とした。

1・複雑形状(PC筐体)等は現在継続研究中である。  
現在、成膜装置の最適化を行い実験中であり、量産技術確立は後一步の所まで来ている。


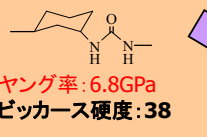
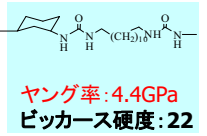
3. 研究開発成果について

(1)目標の達成度

公開

モノマー開発達成度90%

ジイソシアナート

		芳香族	脂環族	脂肪族
ジアミン	芳香族	 <p>ヤング率:12.7GPa ピッカース硬度:48</p>		
	脂環族		 <p>ヤング率:6.8GPa ピッカース硬度:38</p>	
	脂肪族		 <p>ヤング率:4.4GPa ピッカース硬度:22</p>	

耐熱性・硬度・耐薬品性 (Yellow arrow pointing up-left)

耐紫外線性・柔軟性 (Purple arrow pointing down-right)

モノマーの組合せは、数百種に及ぶ、その中から1組の最適組合せを見出した達成度を90%としたのは、現在も組合せの研究継続中のため

SILVER REED

3. 研究開発成果について

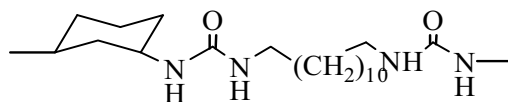
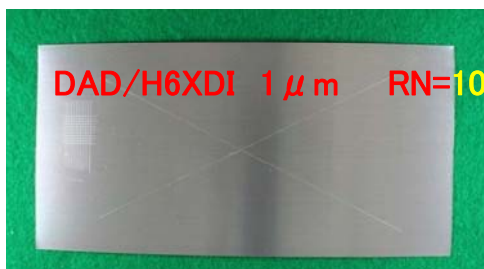
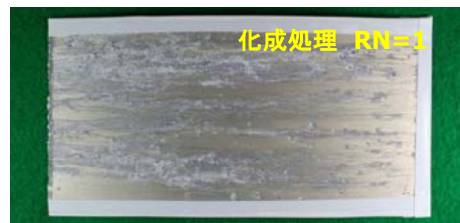
(1)目標の達成度

公開

マグネシウム合金1μm  
48H耐食国内画期的性能

塩水噴霧48時間

\*レイティングナンバー(RN): 試料の腐食状況の目視評価。  
無欠陥はRN10, 腐食面積率50%以上をRN=0とする。



SILVER REED

### 3. 研究開発成果について

#### (1) 目標の達成度

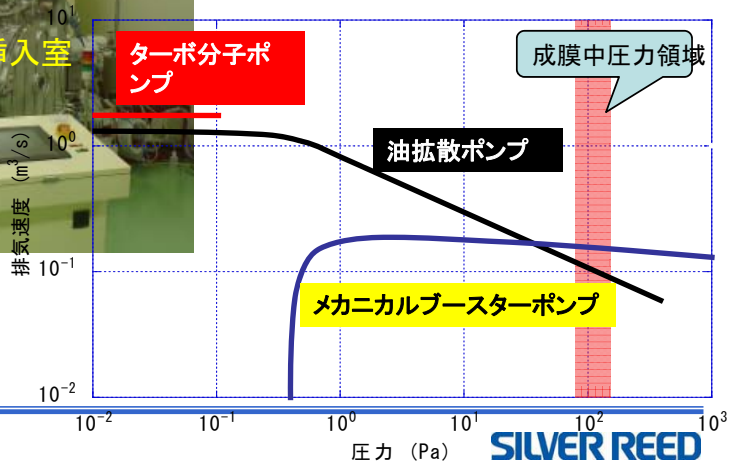
公開

量産化を模索した初期最適条件出し装置



世界に1機しかない装置

成膜中圧力に適合した真空ポンプの選択により真空ポンプトラブルを解決



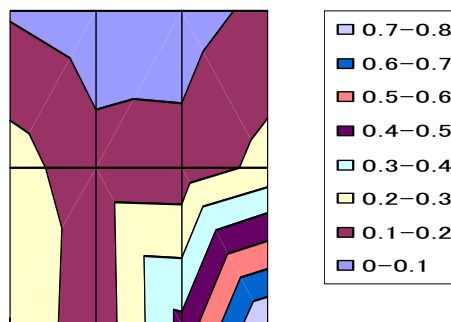
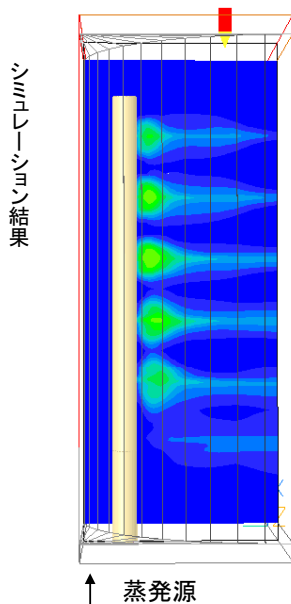
### 3. 研究開発成果について

#### (1) 目標の達成度

公開

均一膜厚成膜の最適化条件(実用量産化)

シミュレーション結果と実際の膜厚分布の比較



シミュレーションによると、蒸発源側の噴出口の方がモノマーが多く出ている。

成膜チャンパー内、均一膜厚分布は困難。

マルチチャンパー方式から通過型(インライン)成膜方式に変更。



公開

実用量産装置開発(柏崎研究室)



インライン式量産実験機

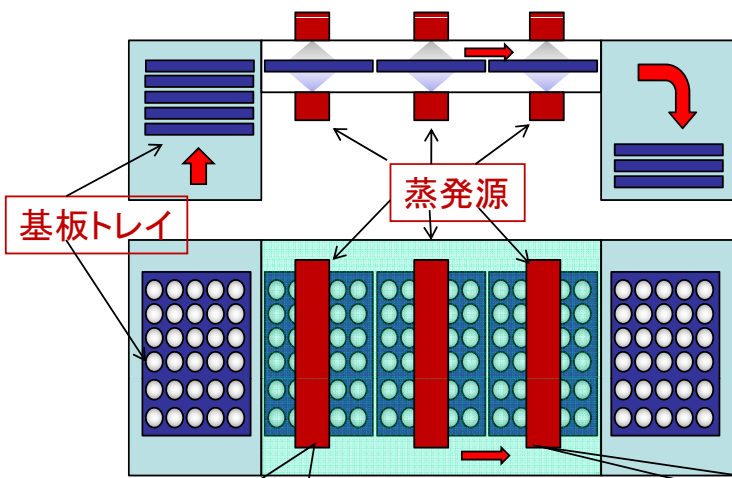
基板搬送トレイ

最適条件を踏まえた唯一のマグネシウムスピーカー用インライン式量産機の開発

SILVER REED

公開

現行世界唯一の量産装置構造



基板トレイ

蒸発源

モノマー噴射口形状  
特許出願検討中

この噴射口形状  
以外では均一被膜は不可能  
量産装置の要である

SILVER REED

## 成果の意義

1・ポリ尿素の真空蒸着重合法での金属に対する均一塗膜技術は、世界に例がない、オンリーワン技術である。

1・マグネシウム金属表面の腐食防止塗膜工程において、有害化学物質(VOC)の排出が一切ない。各金属製品の水平展開が可能。

1・マグネシウム金属表面の現行塗装下時処理工程における、下地処理材として、少工程数によるVOC削減効果大きい。(コスト低減)

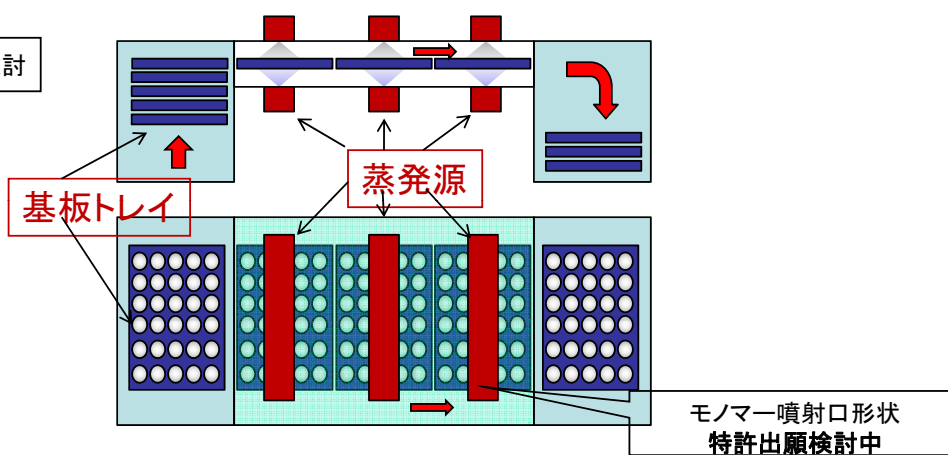
1・マグネシウム金属の用途拡大が可能  
\* 家電製品各種(市場規模大)  
\* 将来的に大型製品への応用展開

特許

出願済

特開2008-56790(平成18年8月31日出願)  
「真空処理装置及び真空処理プロセス」

出願検討





### 3. 研究開発成果について (3)知的財産権の取得(4)成果の普及

公開

#### 成果の普及

**新聞・雑誌** 日経産業新聞[2007年8月16日]  
日経産業新聞[2007年9月18日]  
「山陰の経済」[2007年11月号p21]

**特許** 特開2008-56790(平成18年8月31日出願)  
「真空処理装置及び真空処理プロセス」

**論文** Jpn. J. Appl.Phys. 47 (2008) pp. 1419-1421  
"Relationship between Film Deposition Rate and Exhaust Speed in Aliphatic Polyurea Thin Film Prepared by Vapor Deposition Polymerization"

**口頭発表** 2007年3月8日 表面技術協会第115回講演大会  
「マグネシウム合金のポリ尿素薄膜を用いた表面改質」  
2007年3月14日 4th Int. Conf. on Molec. Elec. Bioelec.  
"Synthesis of polyurea thin films prepared by chemical vapor deposition polymerization"  
2007年7月20日 高分子講演会(東海)  
「蒸着重合法によるポリ尿素薄膜の作製と防蝕効果」  
2007年9月7日 第68回応用物理学学会学術講演会  
「蒸着重合法による脂環族・脂肪族ポリ尿素薄膜の作製」

SILVER REED

### 4. 実用化、事業化の見通しについて (1) 成果の実用化可能性

公開

#### 実用化に向けて

#### 1・マグネシウムスピーカー評価

従来品(PP,Al合金)

- ・ 全体的に曇った感じ
- ・ 奥行き感や表現力は若干弱い
- ・ 声の透明度が低い

Mg合金

- ・ 分解能が高く明瞭なサウンド
- ・ 低歪
- ・ 透明度高い



実用化可能性は80%

SILVER REED

#### 4. 実用化、事業化の見通しについて (1) 成果の実用化可能性

公開

##### 実用化に向けての課題

・量産装置が現在世界に1台しかない

1・顧客製品要求量への対応が困難

1・多品種製品への対応が困難

・モノマー噴出方法の特許取得・量産用真空装置の自社増設・装置販売

・複雑形状製品への均一成膜

1・成膜条件の最適化

1・製品信頼性評価・信頼性向上

・現在継続研究にて実施中・H23年度迄には実用化を目指す

SILVER REED

#### 4. 実用化、事業化の見通しについて (2) 実用化までのシナリオ

公開

##### 実用化に向けたコスト計算 生産装置ランニングコスト試算

原材料費	0.06円/個
必要電力 11.8kw × 10時間 × 21円/kw = 2478円/日	
人件費(作業員2名)	36,000円/日
減価償却 3000万円(5年償却)	25,000円/日
小計	63,478円/日



$$63,478 \div 12,000 \text{個} = 5.3 \text{円/個}$$

$$63,478 \div 48,000 \text{個} = 1.3 \text{円/個}$$

ランニングコストの低減には、  
・装置価格の低減  
・生産能力の向上・最適化

SILVER REED

#### 4. 実用化、事業化の見通しについて (2) 実用化までのシナリオ

公開

##### 実用量産計画

	H21年	H22	H23	H24	H25
スピーカー量産	量産装置増設	量産	顧客拡大		
単一形状製品への応用		量産装置増設 量産装置販売	量産	顧客拡大	市場拡大
複雑形状成膜技術確立	成膜条件確立	成膜条件最適化	量産試作機作製		
同量産化				量産	
大型製品への応用				成膜条件確立	

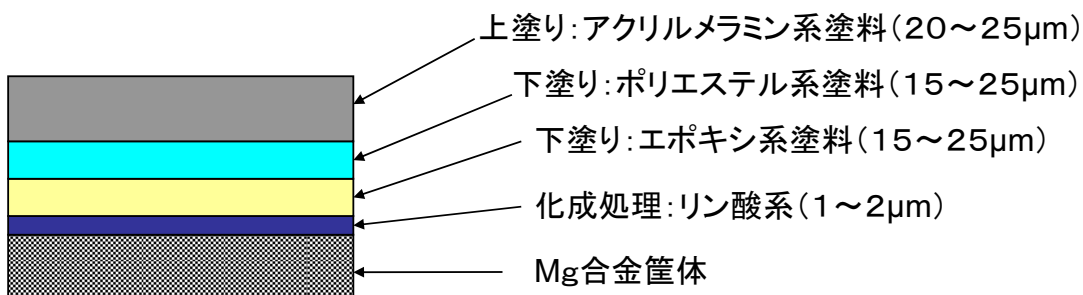
SILVER REED

#### 4. 実用化、事業化の見通しについて (3) 波及効果

公開

##### ポリ尿素被膜効果

##### Mg合金における現状の塗装仕様



##### VOC想定削減量

##### 化成処理材

第一種指定化学物質 No.43 エチレングリコール 83%

##### 塗装下塗り(プライマー処理材)

第一種指定化学物質 No.227 トルエン 40%

第一種指定化学物質 No.63 キシレン 5.5%

第一種指定化学物質 No.40 エチルベンゼン 5.5%

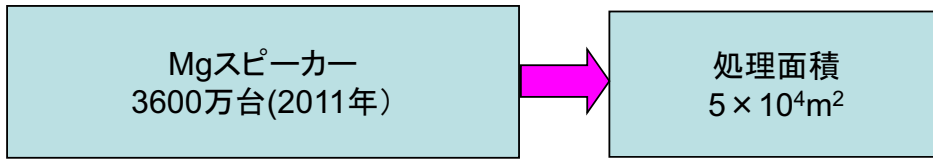
エポキシ樹脂49%

SILVER REED

4. 実用化、事業化の見通しについて (3) 波及効果

公開

スピーカー量産時効果試算



化成処理に $200\text{g}/\text{m}^2$ のエチレングリコールを使用すると仮定

VOC削減量

$$5 \times 10^4 \text{m}^2 \times 200 \text{g}/\text{m}^2 = 1 \times 10^7 \text{g} (10 \text{ト}) / \text{年}$$

SILVER REED

4. 実用化、事業化の見通しについて (3) 波及効果

公開

簡易形状家電効果試算



防食処理塗装プライマー処理(下塗り1回)に $200\text{g}/\text{m}^2$ のトルエン  
またはキシレン系の溶剤を使用すると仮定

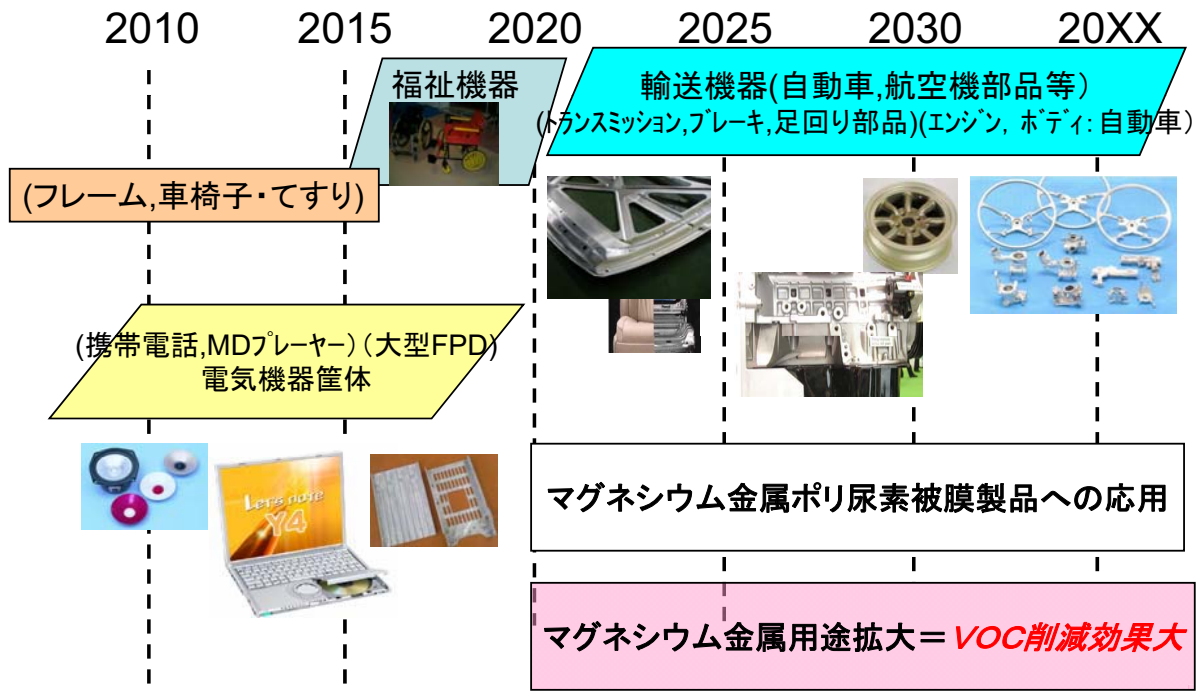
VOC削減量

$$2.3 \times 10^6 \text{m}^2 \times 200 \text{g}/\text{m}^2 = 4.6 \times 10^8 \text{g} (460 \text{ト}) / \text{年}$$

SILVER REED

4. 実用化、事業化の見通しについて (3) 波及効果

公開



SILVER REED

4. 実用化、事業化の見通しについて (3) 波及効果

公開

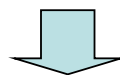
更なる波及効果

他プロジェクトとの融合することで

防錆処理(アンダーコート)  
溶剤フリー塗装技術

+

新塗装技術



世界で唯一の技術確立

世界レベルでのVOC削減の実現

SILVER REED

ご静聴有難うございました

環境安心イノベーションプログラム  
「有害化学物質リスク削減基盤技術研究開発」  
事後評価分科会

プロジェクトの詳細説明(公開)  
平成21年11月12日(木)

研究開発項目:インプラント技術  
B-(4)

## 有害廃棄物フリー 高効率エステル合成プロセスの開発

PL : (株)ケミクレア 取締役研究所長 三浦偉俊

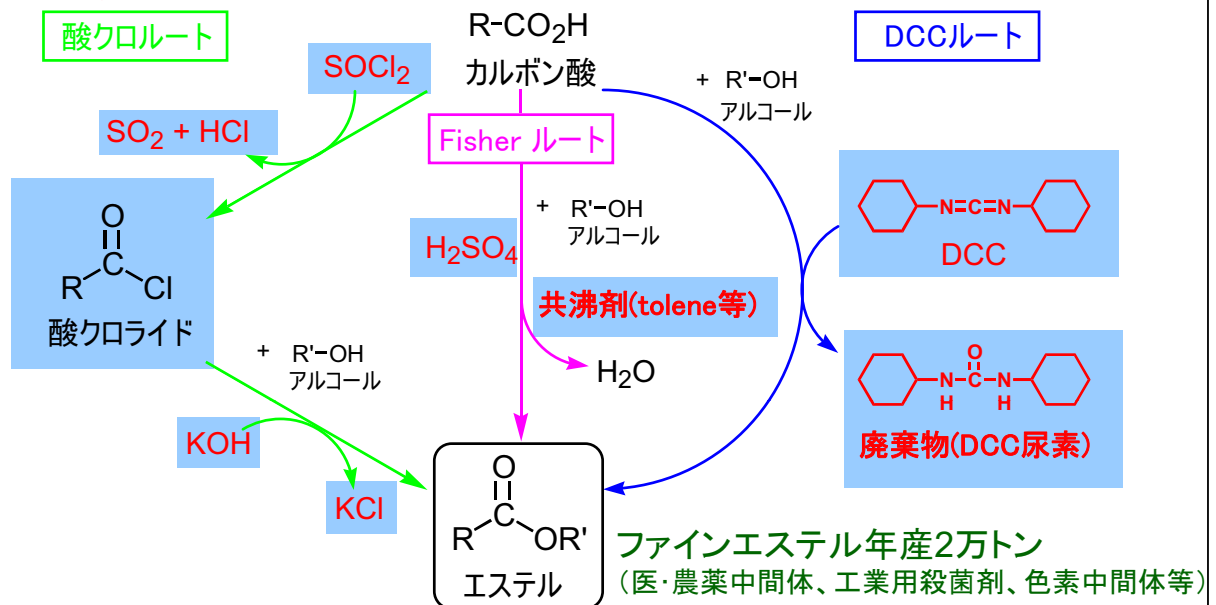
委託先 : (株)ケミクレア  
(独)産業技術総合研究所  
再委託先 : (独)岐阜大学

### 3. 研究開発成果について (1)目標の達成度

公開

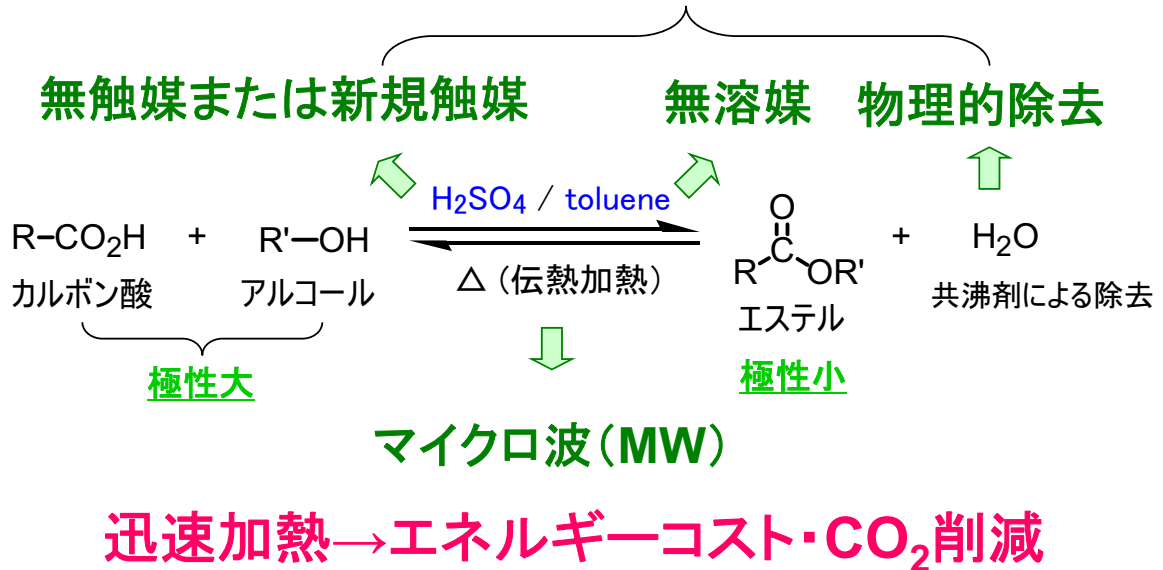
#### 本開発の背景 ~現行プロセス~

製造に使用する有害薬品が多い、副生廃棄物が多い

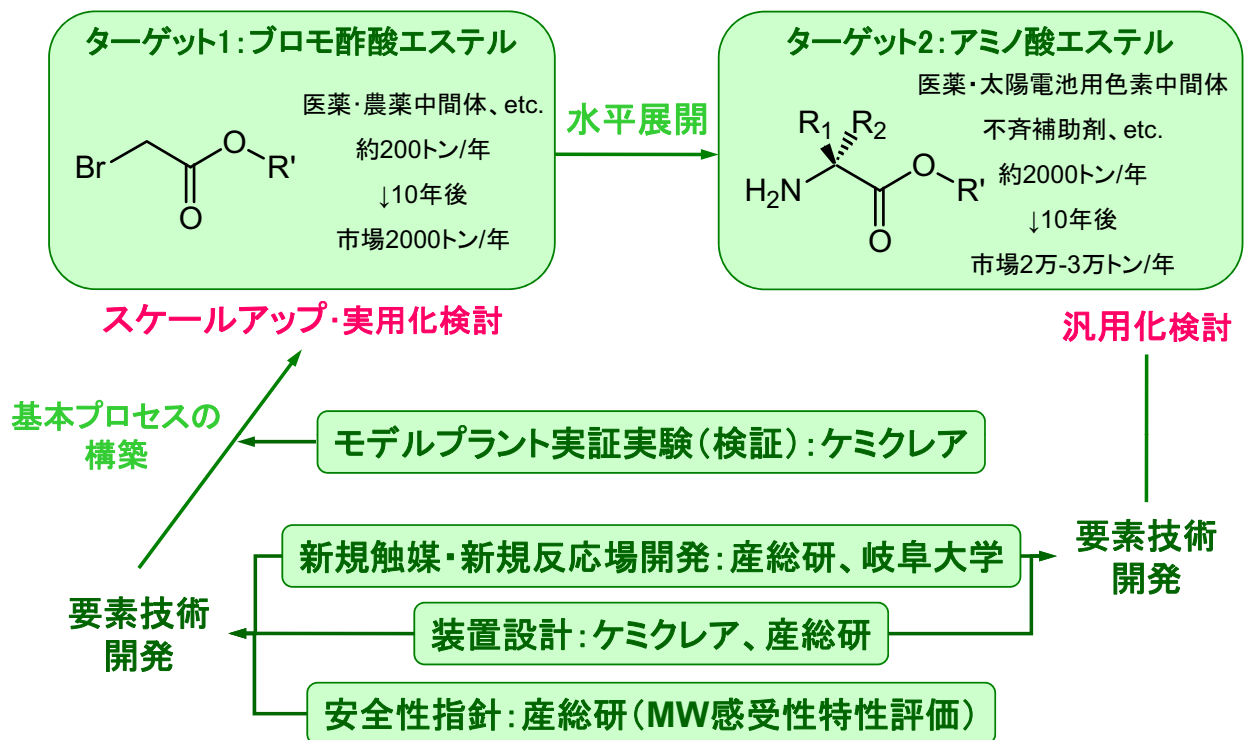


$\frac{\text{廃棄物副生量}}{\text{目的物生成量}} = \text{Eファクター大、環境負荷高} \Rightarrow \text{Eファクター低減}$

## 有害薬品の使用削減、副生廃棄物削減 →VOC、Eファクターの低減



## 本開発の目的 ～ターゲットとストラテジー～





### 開発目標と成果達成状況

#### 1.モデルプラント実証試験 (ケミクレア)

～プロモ酢酸ベンジルの無溶剤・無触媒系プロセス～

- ◆生産能力:年産数トンレベル
- ◆収率:6時間以内80%以上
- ◆Eファクター:5以下



分子間反応・フロー式連続釜型マイクロ波反応装置 年産14トンレベル  
6時間で得量18kg、収率80%、Eファクター0.83



#### 2.マイクロ波応答特性測定 (産総研)

～エステル反応系誘電特性～

- ◆安全性を含むプロセス・装置設計指針



エステル反応系誘電特性温度依存性測定  
→プロセス安全性指針、装置設計指針取得



#### 3.新規反応場によるエステル合成

～MW併用の複合効果を有効に利用～

(産総研 / 岐阜大)

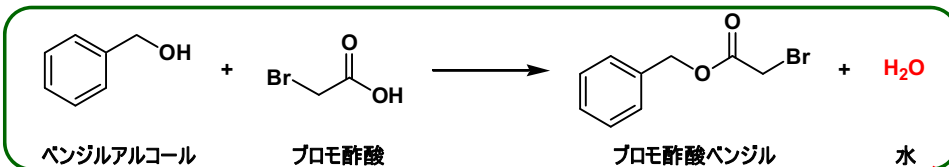
- ◆新規触媒の開発
- ◆アミノ酸エステル、マイクロ波併用の複合効果



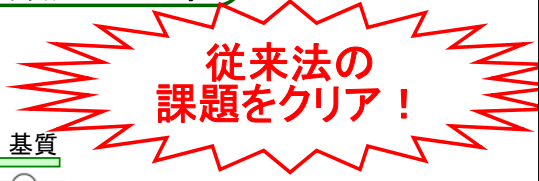
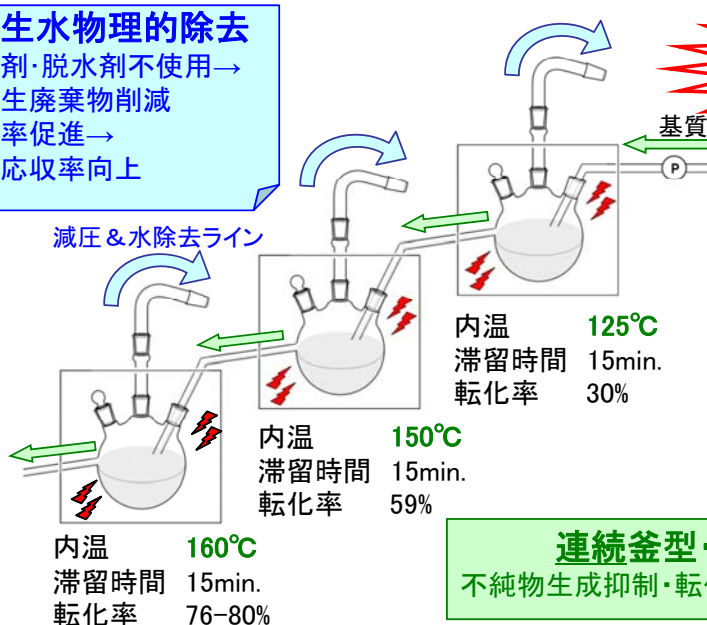
イオン液体型、フッ素系有機固体型触媒  
マイクロ波併用複合効果確認



### 1.モデルプラント実証試験～連続釜型マイクロ波反応装置の構築～



**副生水物理的除去**  
共沸剤・脱水剤不使用→  
◆副生廃棄物削減  
転化率促進→  
◆反応収率向上

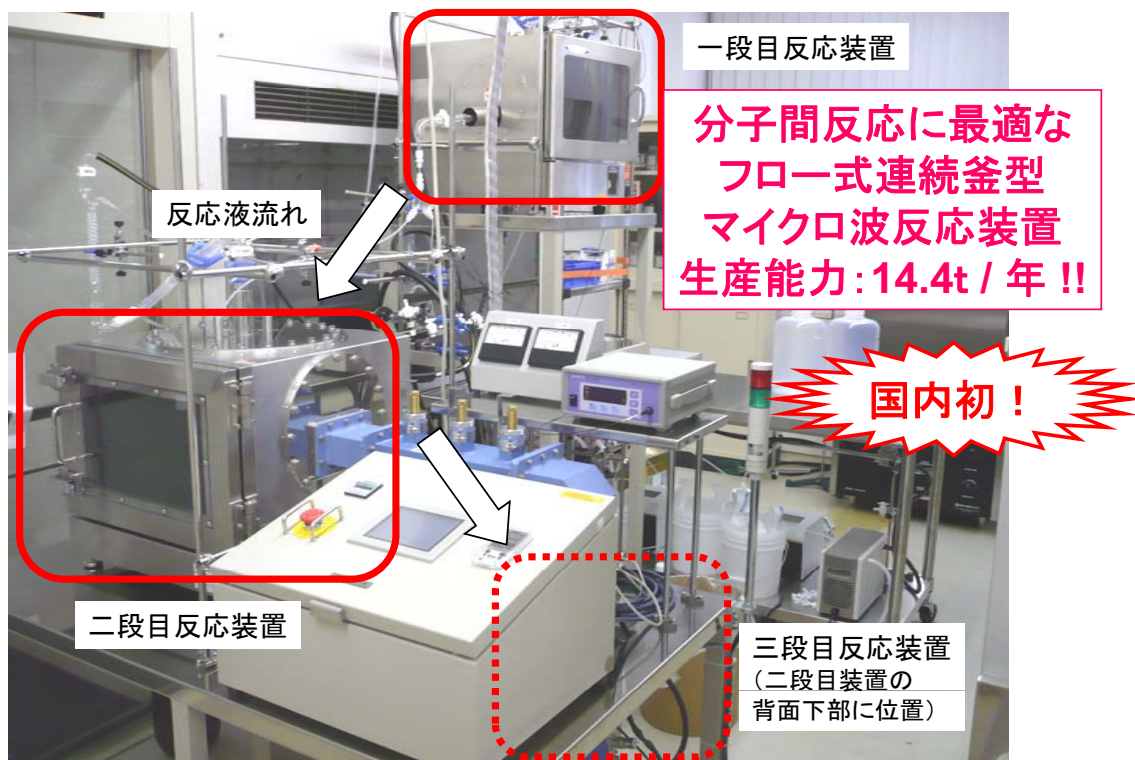


**無溶媒・無触媒**  
◆有害薬品使用削減  
◆副生廃棄物削減

**MW使用(迅速加熱)**  
◆エネルギーコスト削減  
◆発生CO<sub>2</sub>量削減

**連続釜型・多段階式加熱**  
不純物生成抑制・転化率促進→◆反応収率向上

### 1. モデルプラント実証試験 ～連続釜型マイクロ波反応装置～



### 1. モデルプラント実証試験 ～実証試験結果～

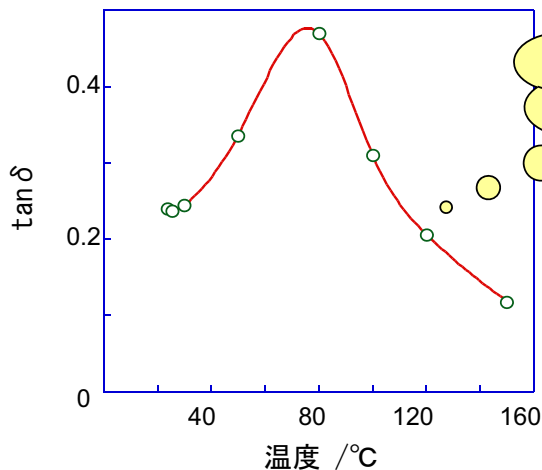
結果一覧	現行工場プロセス (バッチスチーム加温)	開発目標	開発プロセス (MW流通式ラボ)
溶媒	トルエン		なし
Eファクター	3.12	5以下	0.83 (602%達成)
収率	97 %	80 %	80 % (100%達成)
単位時間得量	14.7 kg / h	年産トンレベル	3.0 kg / h 14.4 t/年 (達成)
発生CO <sub>2</sub> 量	0.62 kg / kg		0.26 kg / kg
エネルギーコスト	22 円 / kg		14 円 / kg
廃棄物処理費	171 円 / kg		40 円 / kg

## 2. マイクロ波応答特性測定 ～エステル反応系誘電特性～

温度依存性測定

→プロセス安全性指針、装置設計指針取得

世界初!



誘電正接 (tan δ) は  
80°C付近で最大120  
～160°Cでは温度上昇  
とともに反応性低下

$$\tan \delta = \frac{\varepsilon''}{\varepsilon'} \quad \begin{array}{l} \varepsilon'' : \text{誘電損失} \\ \varepsilon' : \text{誘電率} \end{array}$$

(MW加熱効率の目安)

実際の反応温度領域(120-160°C)  
では反応暴走の危険性は極めて低い

反応混合物の誘電特性 (温度依存性)

ブromo酢酸:ベンジルアルコール(1:1)、short-backed法

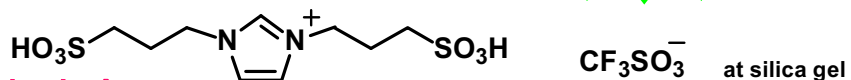
## 3.新規反応場によるエステル合成

～ マイクロ波併用の複合効果を有効に利用～

適用範囲の  
大幅な拡大

## I. 新規触媒の開発

## (a) イオン液体型触媒



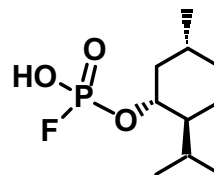
マイクロ波吸収効率高  
分離回収容易、再利用可能  
アミノ酸エステル合成

マイクロ波加熱との併用効果大  
不斉保持達成

塩構造  
固体・非脂溶性  
低揮発性・難燃性・化学的安定性

## (b) フッ化リン酸モノエステル型触媒

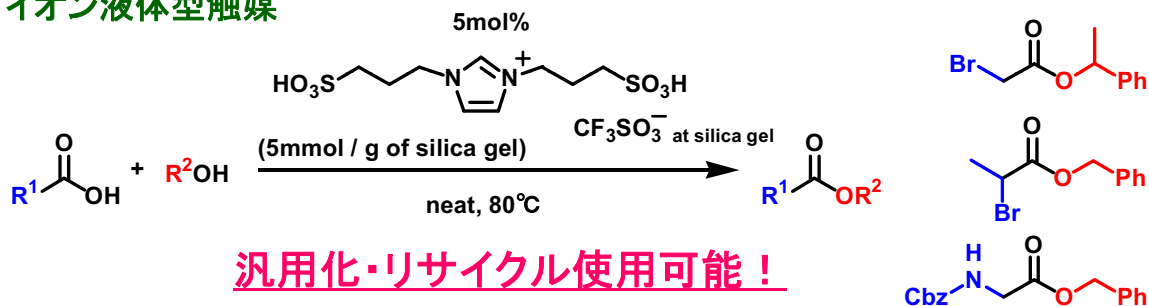
他の触媒(硫酸等)では副  
生物しか得られない系にお  
いて目的物を高選択的・高  
収率で得た



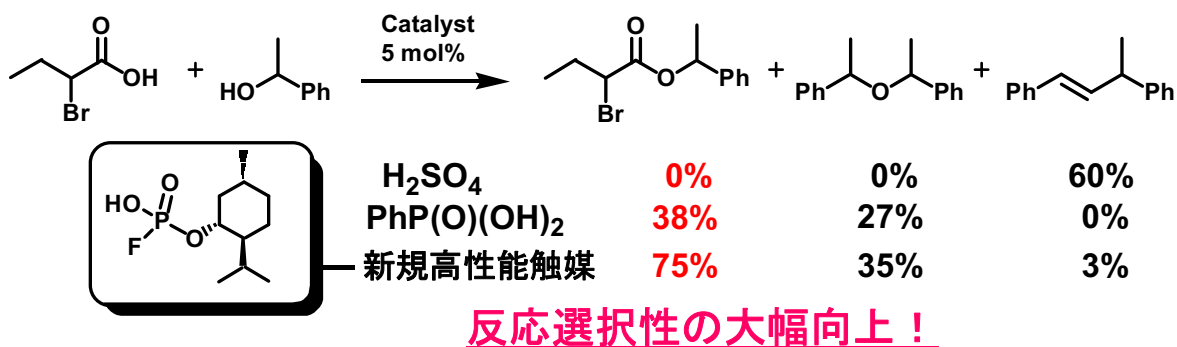
分子内に疎水場と強酸性部位を併せ持つ

### 高性能新規触媒

#### (a) イオン液体型触媒



#### (b) フッ化リン酸モノエステル型触媒



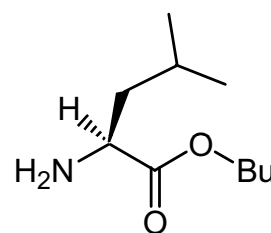
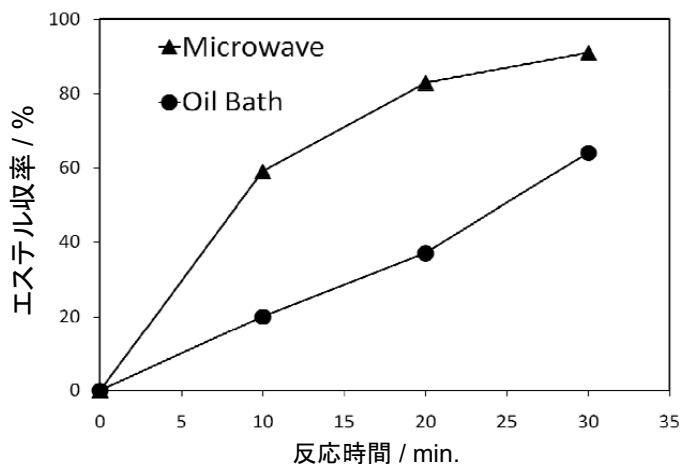
### 3.新規反応場によるエステル合成

～ マイクロ波併用の複合効果を有効に利用～

#### Ⅱ. アミノ酸エステルの合成

複合効果確認

マイクロ波加熱と触媒の組合せによる大きな反応促進効果



有機塩基との塩形成

特願2008-026389号

「フィチン酸を有効成分とする脱水反応用酸触媒、及び該触媒を用いたエステル類  
又はエーテル類の合成」 (出願人:産総研、出願日:2008年2月6日)

※ほか出願準備中1件

## 【新聞・雑誌】

多くの取材依頼あり

“Making esters with microwaves” *CHEMICAL ENGINEERING* (JUL, 2008)

“マイクロ波利用可能に” *化学工業日報* (2008年5月20日)

“高機能品製造の廃棄物削減～マイクロ波を使ったエステル合成の実現を目指す”  
*化学工業日報* (2008年6月11日)

“マイクロ波利用技術を確立～廃棄物低減へ溶剤使わずエステル合成～”  
*化学工業日報* (2009年10月9日)

“マイクロ波加熱を利用した工業的化学プロセスの構築～エステル化合物およびポリエステル  
の製造装置実用化に向けて～” 三浦偉俊, 竹内和彦 *ファインケミカル* (2009年9月号)

## 【論文】

“Phosphorofluoric Acid-catalyzed Condensation Reaction of Carboxylic Acid with 1-Arylalkyl Alcohols Leading to Esters under Solvent-free Conditions” T. Murai, N. Tanaka, S. Higashijima, H. Miura, *Chem. Lett.*, **2009**, 38, 668.

## 【研究発表】

“Microwave-assisted rapid esterification of carboxylic acids and alcohols on solid acid” K. Takeuchi, Y. Hori, R. Koga, Y. Mori, T. Nakamura, R. Nagahata, *Global Congress on Microwave Energy Applications GCMEA 2008/ MAJIC 1st*, (2008/8/4-8)

“Microwave-assisted Rapid Esterification of Carboxylic Acids with Alcohols by Use of Organic Solid Acid Catalysts” K. Takeuchi, Y. Hori, R. Koga, Y. Mori, T. Nakamura, R. Nagahata, *2nd EUCHEMS Chemistry Congress*, (2008/9/16-20)

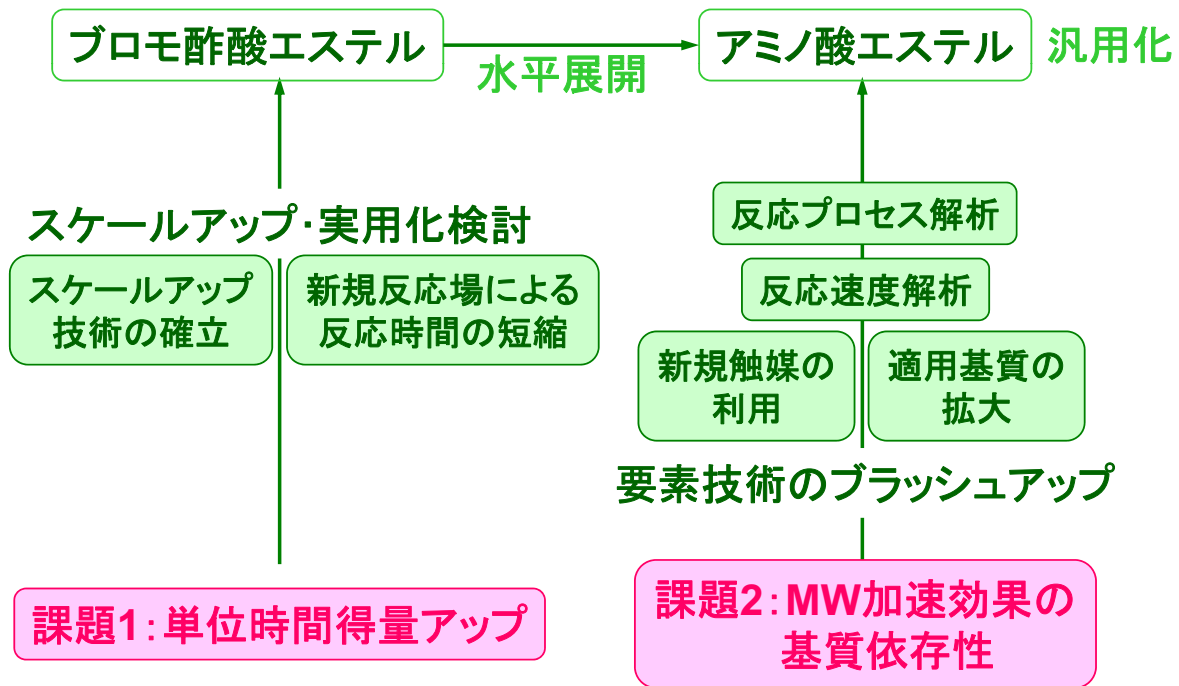
“マイクロ波を用いたアミノ酸類のブチルエステル化反応” 田口洋一, 大石晃広, 飯田洋, 田口和宏, 長畑律子, 竹内和彦 *日本油化学会第47回年会* (2008/9/17-19)

“新規ブレンシュテッド酸触媒の合成とその利用” 船曳一正, 米田拓也, 東嶋伸治, 鈴木真吾, 森田雅之, 三浦偉俊, 窪田裕大, 松居正樹, *第32回フッ素化学討論会* (2008/11/17-18)

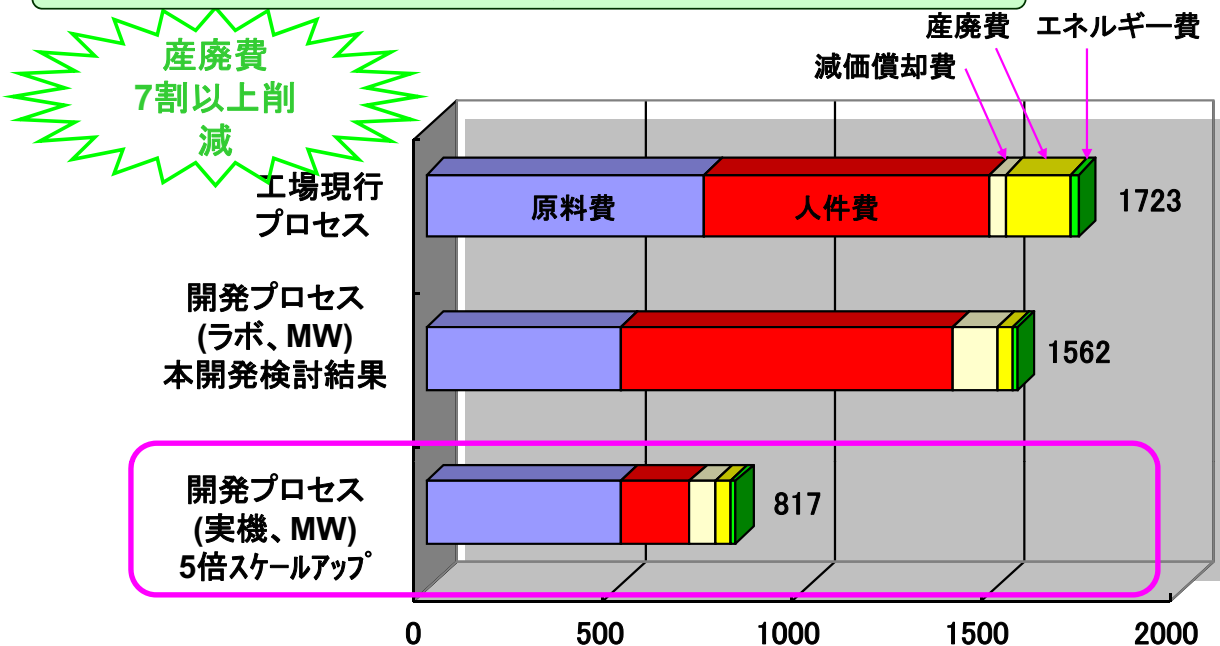
“新規なブレンステッド酸触媒を用いる効率的なエステル合成” 船曳一正, 米田拓也, 東嶋伸治, 鈴木真吾, 森田雅之, 三浦偉俊, 窪田裕大, 松居正樹, *日本化学会第89春季年会* (2009/3/27-30)

※ほか発表予定3件

### 本開発の課題と解決方針



### 高コストパフォーマンスと市場拡大・競争力の可能性



設備導入費用を鑑みても、現行より10%のコストダウン  
 スケールアップ試算、現行より53%のコストダウン



### 課題解決方針

#### ブロモ酢酸エステル

- ◆ プロセス解析
- ◆ スケールアップ技術確立

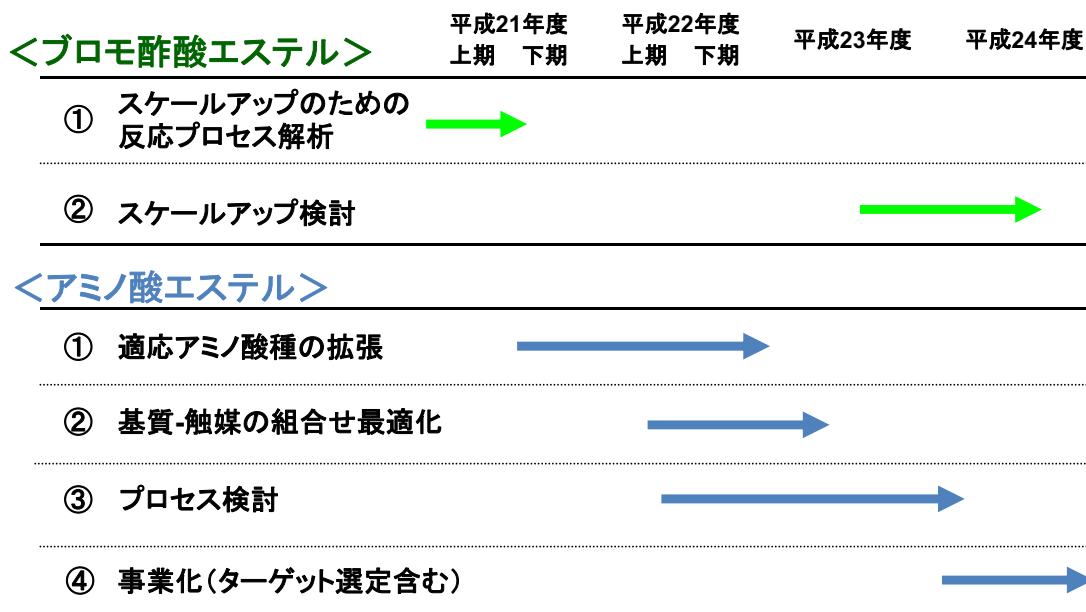
**DSC : Dye-sensitized Solar Cell**  
 有機増感色素の中で現在最も有望な  
 D149系色素の基本骨格構築に不可欠

#### アミノ酸エステル (DSC原料・医薬用途・電子材料用途)

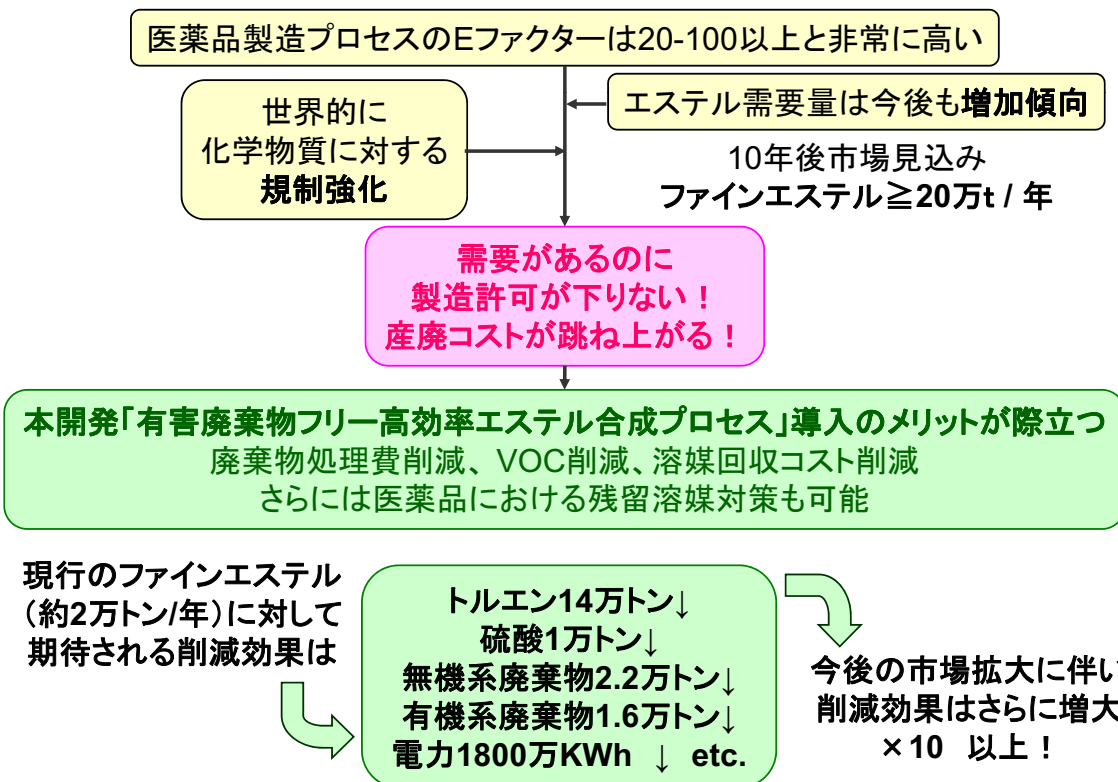
- ◆ 適用アミノ酸種の拡張
- ◆ 基質と触媒との組合せ検討(最適化)
  - ⇒ 基質依存性の克服(プロセスの汎用化)
- ◆ スケールアップ(ブロモ酢酸エステルからの水平展開)
- ◆ 最適装置の設計(管型連続流通反応装置等の検討)

### 事業化までのスケジュール

より大きな市場拡大が見込まれるアミノ酸エステルに注力  
 → 2012年事業化見込み



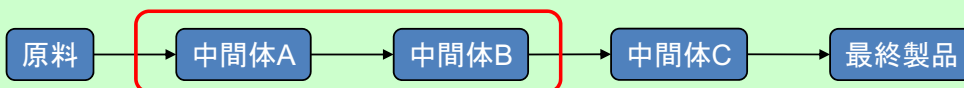
### 本開発のビジネスモデル



### 市場ニーズに対する本開発の応用・波及効果

#### 1. オンデマンド合成ビジネスの創成

エステル化反応工程のEファクター削減 → 工程全体のEファクター削減



#### 2. コモディティエステルへの応用

有害薬品の使用削減、副生廃棄物の削減、エネルギーコスト・発生CO<sub>2</sub>量削減  
という本開発プロセスのメリットが最も発揮される

#### 3. ポリマーへの展開

PETに代表されるエステル型ポリマー製造への応用

- ◆合成樹脂：PET 698,000 t/年、PBT 202,000 t/年、  
不飽和ポリエステル樹脂 164,000 t/年
- ◆繊維：PET 295,000 t/年
- ◆モノマー：MMAモノマー 543,000 t/年



環境安心イノベーションプログラム  
「有害化学物質リスク削減基盤技術研究開発」  
事後評価分科会

プロジェクトの詳細説明(公開)  
平成21年11月12日(木)

研究開発項目:インプラント技術  
B-(5) 革新的塗装装置の開発

委託先:加美電子工業(株)  
(独)産業技術総合研究所

PL :加美電子工業(株) 代表取締役 早坂裕

3. 研究開発成果について (1)目標の達成度

公開

研究背景

- ・VOC排出量の最大の排出源が塗料であり、その低減が塗装業界全体の課題

樹脂部品用塗装での従来の対策



水性塗料

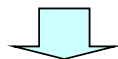
ハイソリッド  
塗料

排ガス処理  
装置

問題点

- ・設備導入費の増加
- ・前処理として洗浄が必要
- ・ランニングコストが増加
- ・高意匠性(色彩・光沢・デザイン)の塗膜品質確保が難しい

コスト・品質問題で対策が進まないのが現状



樹脂部品用有機溶剤系塗装への  
VOC排出削減塗装技術の開発が急務

## 研究目的

- ・有機溶剤系塗装において大量に使用される希釈溶剤(VOC)を削減
- ・有機溶剤系塗装の高意匠性(色彩・光沢・デザイン)塗膜品質水準の確保
- ・既存の塗装設備ラインに置き換え可能な装置の開発

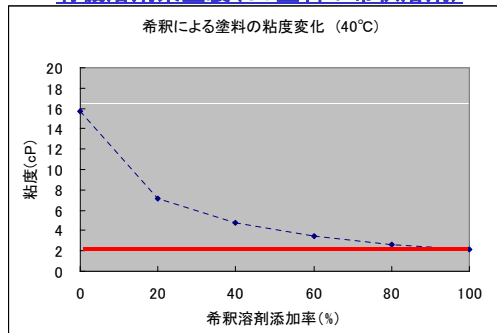
## 塗装方法の原理

## 二酸化炭素は希釈溶剤の代替として利用可能

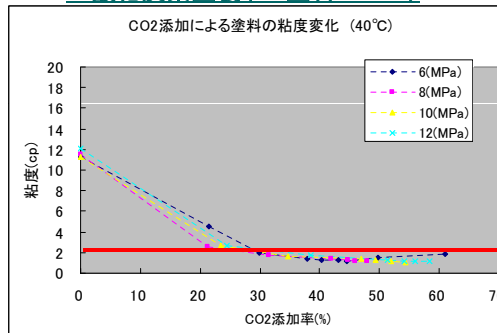
- ・高圧二酸化炭素は、塗料と親和性が強く、塗料中に容易に溶解して粘度を低下させることが可能
- ・高圧噴霧とともに、噴霧減圧時の二酸化炭素再気泡化による微粒子化促進効果

## CO2は希釈溶剤と同等の粘度低下効果あり

有機溶剤系塗装(UV塗料+希釈溶剤)

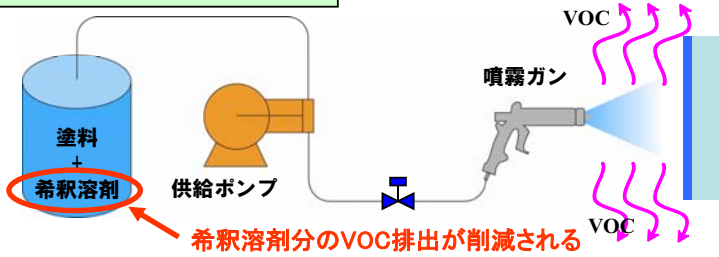


二酸化炭素塗装(UV塗料+CO2)



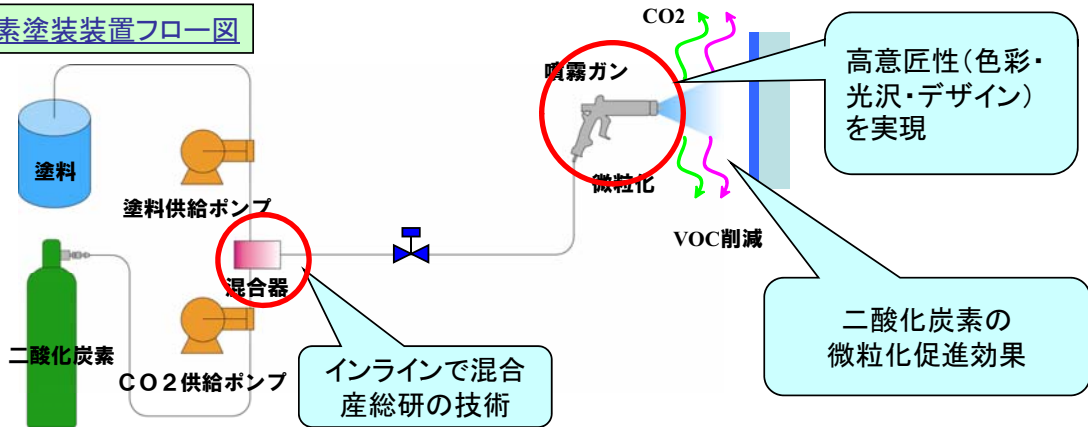
技術の概要

有機溶剤系塗装装置フロー図



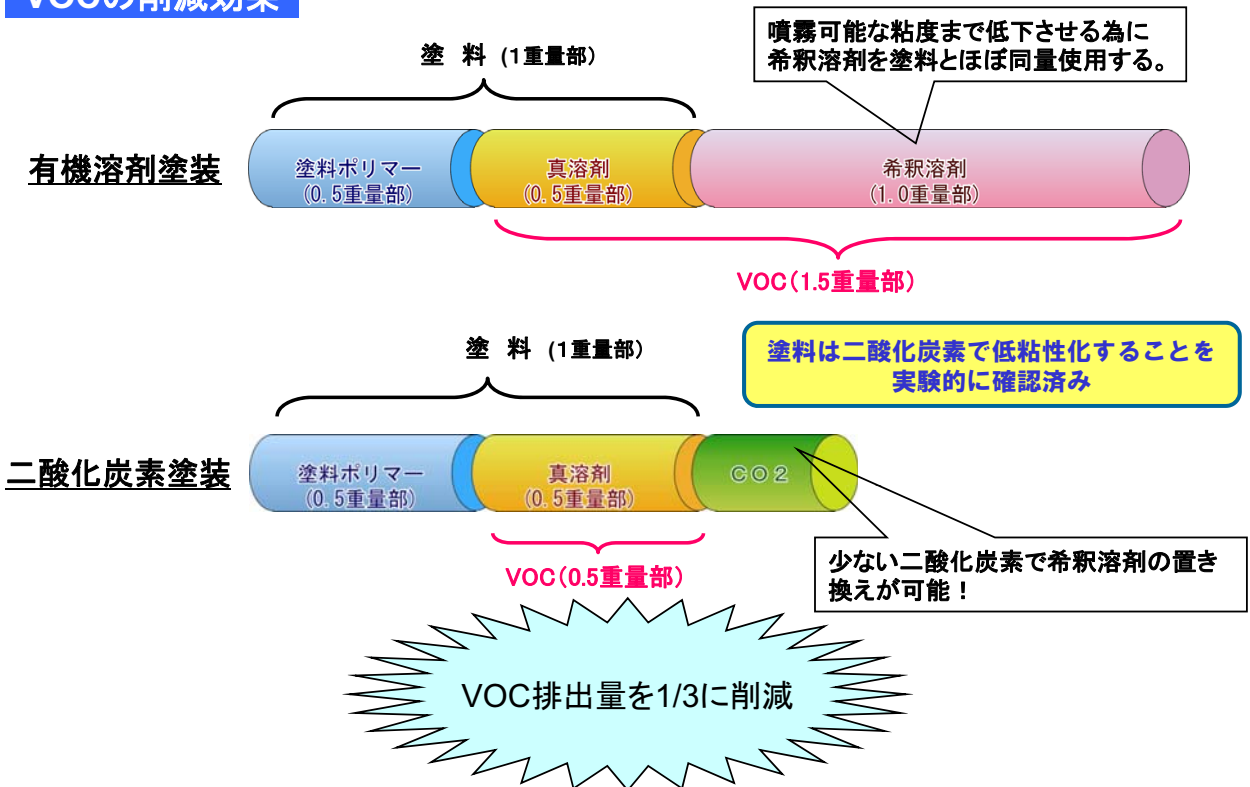
希釈溶剤分のVOC排出が削減される

二酸化炭素塗装装置フロー図



・高固形分濃度の塗料と超臨界状態のCO2を経路内で混合し、粘度を低下させ高圧噴霧する方法

VOCの削減効果



**研究目標**

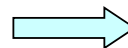
VOC発生を大幅に低減させる二酸化炭素塗装装置と塗装法の開発

開発目標		達成度	成果と課題
VOC排出量を1/3に削減		80%	・現時点での塗料開発の成果としてはVOC排出量を1/2に削減(継続削減中)
装置	有機溶剤系塗料用スプレー装置部分を置き換え可能な二酸化炭素スプレー装置を開発	100%	・塗装試験装置(産総研設置)の開発 ・実証ライン搭載塗装装置(加美電子設置)の開発
塗料	クリア塗料3種の開発	100%	・クリア塗料3種の希釈溶剤削減率100% ・クリア塗料1種の真溶剤削減率100%を追加
	有色塗料4種(複数色)の開発	70%	・2液アクリルウレタン塗料、1液アクリル塗料、2液アクリルメタリック塗料、1液メタリック塗料にて希釈溶剤削減率100%にならず、継続削減中 ・下塗/トップUVカラークリア塗料、1液メタリック塗料の2種を追加
塗膜評価	有機溶剤系塗装における高意匠性(色彩・光沢・デザイン)塗膜品質水準以上	100%	・ユーザーにサンプル出荷し、高意匠性(色彩・光沢・デザイン)塗膜品質合格の評価を得る。

**試験装置の完成**



塗装試験装置(産総研設置)



塗料と二酸化炭素の迅速且つ完全な混合の実現



中心衝突型高圧マイクロミキサ(産総研開発品)

**ポイント**

- ・実用化を目指した連続運転性の確保 →装置構成の検討
- ・塗装安定性の確保 →新規混合器(高圧マイクロミキサ)の開発

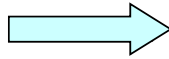


二酸化炭素塗装装置に必要な基盤技術の確立(特許出願中)

実証装置の完成



実証塗装装置(加美電子設置)



ロボット搭載用  
小型噴霧ガン  
(高圧ガス対応)  
を新規開発



噴霧ガンを搭載した塗装ロボット

ポイント

- ・ロボット搭載可能な塗装ガン→小型塗装ガンの開発
- ・塗膜厚さの安定したコントロール→低吐出量への対策(ノズル開発)



実塗装ラインに組み込み可能な実証塗装装置を開発し、  
工業化への問題点を抽出

高意匠性(色彩・光沢・デザイン)塗膜品質の樹脂部品を塗装出来る二酸化炭素塗装装置の開発は世界初の成果!

目標塗料を開発



開発した塗料(クリア塗料4種、カラー塗料6種)

ポイント

- ・噴霧後の塗膜形成過程のレベリング性・脱泡性
  - ・真溶剤がCO2へ溶解し、ライン閉塞対策
- 既存塗料組成では不十分、真溶剤組成の変更が必要

クリア塗料		希釈溶剤削減率	カラー塗料		希釈溶剤削減率
1	UV硬化型塗料	100%	1	UVカラークリア塗料 2色	100%
2	無機・有機ハイブリッド塗料(耐擦傷性)	100%	2	2液アクリルウレタン塗料 2色	80%
3	高固形分クリア塗料(真溶剤60%削減)	100%	3	1液アクリル塗料 2色	50%
4	無機・有機ハイブリッド塗料(真溶剤100%削減)	100%	4	2液アクリルメタリック塗料 2色	80%
			5	下塗/トップUVカラークリア塗料 2色	50%/100%
			6	1液メタリック塗料 2色	50%



実用化に向け、いろいろな種類の塗料を開発

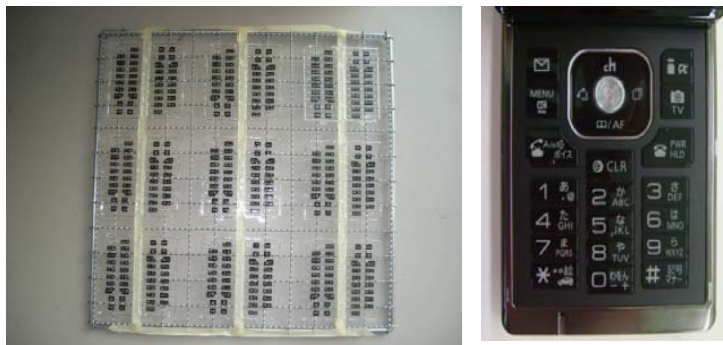
課題

当初開発目標よりクリア塗料3種→4種、カラー塗料4種→6種

より削減効果を出す為の二酸化炭素塗装を前提とした塗料設計(真溶剤組成)が必要



## 目標品質を実現



クリア塗装した小型樹脂部品(携帯電話ボタン)

## ポイント

- ・塗膜の安定した塗装の確認→膜厚のバラツキ修正
- ・量産塗装を想定した歩留まり確認  
→装置構成・装置操作条件と外観測定(Rz値)定量化による修正



UV硬化型クリア塗装に関して、実用レベルを達成  
(ユーザー評価合格)

塗装台に樹脂部品を敷き詰めて塗装し、全ての部品について良好な塗装を確認した。

## 知的財産権等の取得

## □ 特許等(出願済み特許等リスト)

出願日	出願番号	出願に係る特許等の表題	出願人	発明者
2009年3月31日	特願2009-088479号	二酸化炭素塗装方法及びその装置	独立行政法人産業技術総合研究所、 加美電子工業株式会社	鈴木 明、川崎慎一郎、 早坂宜晃
2009年3月31日	特願2009-088501号	二酸化炭素を用いた一液型・二液型塗料の塗装方法及びその装置	独立行政法人産業技術総合研究所、 加美電子工業株式会社	鈴木 明、川崎慎一郎、 早坂宜晃

2件出願済み

## 先行特許との関連

- ユニオンカーバイド社より、当該技術に関して11件の先行出願があり、内6件が特許成立
- しかし、基本特許(特許登録1927328)は期限切れ、2件は消滅で現在3件のみが有効
- 我々からの出願は噴霧プロセスの構成に関するもので、現在有効な3件の特許には抵触せず

二酸化炭素塗装の実施に際して問題となる特許はない

## 研究成果普及／研究成果発表

- 研究発表・講演(口頭発表も含む) 8件
- 発表論文 1件
- 新聞発表等 4件
- ワークショップ開催

発表年月日	発表媒体	発表タイトル	発表者
2009年1月21,22日	三菱総合研究所	スプレー塗装業界におけるVOC対策セミナー／NEDOにおける塗装業界向けVOC対策技術開発状況	鈴木明、川崎慎一郎、相澤崇史、小野實信、早坂裕、雪下勝三、早坂宜晃、佐藤勲征、千代達毅、中塚朝夫

様々な業界のお客様へ情報発信を行い、関心を持って頂いたと共に、今後の普及展開に向けて情報を得る事が出来た。

- 受賞実績

受賞年月日	受賞名	受賞内容	受賞者
2009年7月16日	経済産業省 第3回ものづくり日本大賞 特別賞	有害化学物質フリー革新塗装プロセスの開発	早坂裕、鈴木明、相澤崇史、川崎慎一郎、小野實信、雪下勝三、早坂宜晃、中塚朝夫、佐藤勲征、千代達毅

低VOC塗装技術が確立した事と実用化の可能性が評価され受賞しました。

## 二酸化炭素塗装装置の実用化課題と解決方法

工業化装置としての課題(自動車内装部品、携帯電話等、小型樹脂塗装部品を対象)

- ・ラインの洗浄性(色換え時間の短縮)
- ・安定的操作性(始動・連続運転・停止の安定化)
- ・構成機器部品の標準化(ポンプ・混合器・スプレーガン・制御機器・配管部品、等)

NEDO継続研究により  
小型樹脂部品用二酸化炭素塗装装置に関する工業化課題の解決

## 二酸化炭素塗装適合塗料の実用化課題と解決方法

自動車内装部品、携帯電話等、小型樹脂塗装部品用適合塗料の課題

- ・希釈溶剤全廃の塗料種のラインアップ拡大
- ・小型樹脂部品用適合塗料種の拡大(クリア・カラー)

「小型樹脂部品用二酸化炭素塗装適合塗料開発研究」  
共同研究プロジェクトの設置(塗料メーカー4社)

**装置実用化課題解決の具体策**

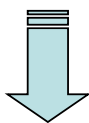
NEDO継続研究 (平成21年4月～平成22年3月)

小型樹脂部品用二酸化炭素塗装装置に関する工業化課題の解決

研究課題: ・ラインの洗浄性(色換え時間の短縮)  
 ・安定的操作性(始動・連続運転・停止の安定化)  
 ・構成機器部品の標準化  
 (ポンプ・混合器・スプレーガン・制御機器・配管部品、等)

具体的な解決方法

・実証試験機で研究課題の検討

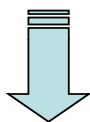
**工業化装置として確立(装置標準化へ)****塗料実用化課題解決の具体策**共同研究プロジェクトの設置(加美電子/各塗料メーカー4社)  
(平成21年5月～平成22年3月)

小型部品用二酸化炭素適合塗料の開発

研究課題: ・希釈剤全廃の塗料種のラインアップ拡大  
 ・小型樹脂部品用適合塗料種の拡大(クリア・カラー)

具体的な解決方法

・実証試験機で研究課題の検討

**希釈剤全廃の適合塗料種のラインアップ拡大(クリア・有色)**

さらに、自動車内装部品、携帯電話以外の小型樹脂塗装部品用の二酸化炭素塗装適合塗料の開発は、事業化のシナリオで説明する応用開発プロジェクトで取り組む。



**応用開発の推進**

小型部品用二酸化炭素塗装装置に関する応用開発(各企業/加美電子工業/産総研)  
(平成21年6月~平成22年3月)

- 1)カメラボディー塗装
- 2)携帯電話ボタン
- 3)高級木工家具類
- 4)光学部品(レンズ等)
- 5)高級化粧品樹脂容器

光学・電子部品用二酸化炭素高精度薄膜塗装装置の開発(平成21年10月~22年3月)  
加美電子工業/産総研・共同研究プロジェクト(ものづくり支援事業採択)



**高意匠性(色彩・光沢・デザイン)塗膜品質の  
小型塗装樹脂部品への応用開発推進**

**事業化のシナリオ**

(平成21年4月~平成22年3月)

NEDO継続研究:小型樹脂部品用二酸化炭素塗装装置  
に関する工業化課題の解決

(平成22年4月~)

加美電子工業・塗装製品生産ラインに設置・稼動

(平成22年10月~)

塗装エンジニアリングベンチャー起業(検討中)

自動車内装部品・携帯電話等樹脂部品市場・事業展開

連続運転・安定性など、課題確認と改修および装置標準化ラインアップ

市場普及拡大と装置量産体制により、塗装装置コスト低減を図る。

**市場普及拡大のシナリオ**

(平成21年6月~)

小型樹脂部品塗装装置の応用開発研究・推進

(平成21年6月~)

有機溶剤系塗装と同等の塗装仕上げ品質を求められる  
光学電子部品、高級木工家具塗装製品市場へ市場拡大

(平成24年10月~)

自動車車体・家電製品など大型塗装製品へ普及展開

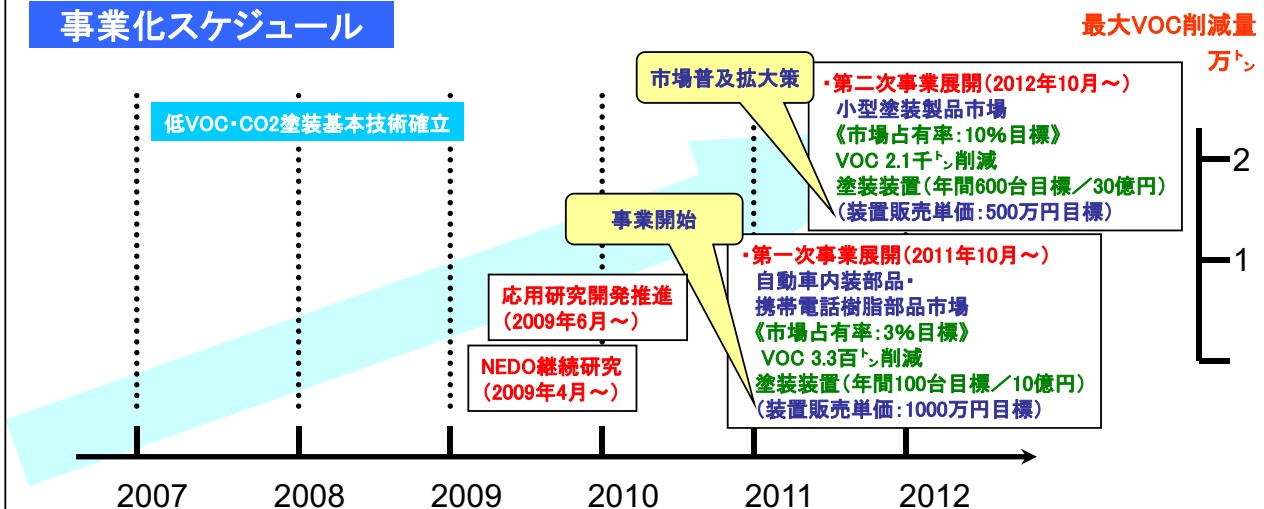
光学電子部品、高級木工家具、など小流量塗装への応用展開

二酸化炭素塗装装置の普及拡大により、高圧ガス保安法・特認対策の検討

事業化の課題

- 1、装置イニシャルコスト対策(目標 500万円/台)  
工業化装置としての標準化および装置量産体制によりコスト低減を図る。
- 2、高圧ガス保安法対策  
二酸化炭素塗装装置の普及拡大および、安全性の確立により高圧ガス保安法・特認対策の検討

事業化スケジュール



二酸化炭素塗装技術の波及展開

【小型部品塗装以外の分野への展開】波及に向けたシナリオ有、波及効果も大きい！

