

平成 2 9 年度実施方針

環境部

1. 件 名：（大項目）有機ケイ素機能性化学品製造プロセス技術開発

2. 根拠法

国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構法第十五条第一号ニ及び第二号

3. 背景及び目的・目標

化学産業は我が国の一大産業であり、高い国際競争力を誇る製品を多数生み出している。一方で、同産業は化石資源を大量に消費し、二酸化炭素（CO₂）排出量も多い。地球温暖化が懸念され、輸入に頼る石油の価格上昇や枯渇リスクに直面する中、化学品製造の革新的イノベーションの実現により、こうした課題を乗り越えていくことが急務となっている。

本プロジェクトは、エネルギー多消費の既存の有機ケイ素原料の製造プロセスに代わる新たな革新的省エネプロセスと高機能な有機ケイ素部材の製造プロセスを実現するための触媒技術及び触媒プロセス技術を開発するものであり、有機ケイ素工業のエネルギー制約を克服するためには、不可欠な技術開発である。さらには、本技術の確立は、我が国の有機ケイ素工業の国際的競争力の強化につながるものである。

また、有機ケイ素工業においてシリコーンの硬化や有機ケイ素化合物の製造に広く用いられるヒドロシリル化触媒は、古くから利用されているPt触媒であり、使用量が微量ではあるものの、高価である、供給不安がある、用途によっては回収が困難である、残存による製品性能が低下する、等の問題があり、これを代替する触媒の開発が求められている。加えて、有機ケイ素工業の主製品であるシリコーンは、安定性、耐候・耐熱性、透明性といった特性から、有機ポリマー部材に比べて高価であるにもかかわらず広い産業分野で使用されているが、より性能を向上させることが求められており、これには構造制御やコンタミの防止が重要な課題である。さらに、特定の構造を有する有機ケイ素部材は、その製造工程で大量の無機物が排出され、環境面・コスト面で問題があるため、このような問題の無い製造プロセスが求められている。

以上のように、有機ケイ素工業がエネルギー面、コスト面等の問題を解決し、高機能な有機ケイ素部材を安定的かつ安価に提供するための革新的製造プロセスの確立が求められている。

本プロジェクトでは、有機ケイ素に係る新たな触媒技術及び触媒プロセス技術を開発することにより、上述した課題を解決することを目的とする。これにより、有機ケイ素原料製造プロセスを確立し、大幅な省エネルギー化を実現させる。また、有機ケイ素部材の製造コストの低減と性能の向上を図り、その市場を拡大させるとともに、我が国の産業競争力を強化させる。

具体的には、委託事業として以下の項目を実施する。

研究開発項目①「砂からの有機ケイ素原料製造プロセス技術開発」

次の内容について研究開発を実施する。

- (1) 金属ケイ素を経由しないQ単位構造中間原料製造法の開発
- (2) Q単位構造中間原料からの有機ケイ素原料製造技術の開発
- (3) 砂からQ単位構造を基本構造とするビルディングブロック型の有機ケイ素原料製造法の開発
- (4) 高活性ケイ素化学種を経由した有機ケイ素原料製造法の開発（平成28年度で終了）
- (5) その他の反応

【最終目標（平成33年度末）】

1 k g スケールでケイ砂の反応率50%、及び選択率50%を達成する。（1）については、反応率70%及び選択率70%を達成する。また、触媒反応の実用化に向けて必要となるプロセス要素技術を特定し、その工業的実施可能性を1 k g スケールで検証する。

【中間目標（平成26年度末）】

複数の反応経路とそれぞれの反応における触媒の中心元素の種類や配位子構造等について複数の候補を選定する。

【中間目標（平成28年度末）】

ケイ砂を原料に用いる際の技術課題を抽出する。
反応経路と触媒について有望な組合せを絞り込む。

【中間目標（平成31年度末）】

ケイ砂の反応率50%、有機ケイ素原料の選択率50%を達成すると見込まれる反応経路と触媒を選定し、温度や反応媒体等の最適な反応条件について指標を得る。（1）については、平成31年度前半までに反応率70%及び選択率70%を達成すると見込まれる反応経路と触媒を選定し、温度や反応媒体等の最適な反応条件について指標を得る。
原料に用いるケイ砂の処理方法等を選定する。

研究開発項目②「有機ケイ素原料からの高機能有機ケイ素部材製造プロセス技術開発」

次の内容について研究開発を実施する。

- (1) ケイ素－炭素結合形成技術
- (2) ケイ素－酸素結合形成技術
- (3) ケイ素－ケイ素結合形成技術
- (4) 触媒固定化基盤技術

【最終目標（平成33年度末）】

1 k g スケールで有機ケイ素原料の反応率80%、有機ケイ素部材の選択率80%を達成する。
有機ケイ素部材中の残留触媒の低減を達成する。
有機ケイ素部材の構造制御技術を確立する。

【中間目標（平成26年度末）】

複数の高機能有機ケイ素部材を想定した各種反応に用いられる触媒の活性中心元素や配位子構造等について複数の候補を選定する。

【中間目標（平成28年度末）】

反応経路と触媒について有望な組合せを絞り込む。

【中間目標（平成31年度末）】

有機ケイ素原料の反応率80%、有機ケイ素部材の選択率80%を達成すると見込まれる反応経路と触媒を選定し、温度や反応媒体等の最適な反応条件について指標を得る。

調査項目 「有機ケイ素に関する技術動向と市場の調査」

4. 実施内容及び進捗（達成）状況

プロジェクトマネージャーにNEDO環境部 佐藤秀治主査を任命して、プロジェクトの進行全体の企画・管理を担当させ、プロジェクトに求められる技術的成果及び政策的効果を最大化させた。

国立研究開発法人産業技術総合研究所・触媒化学融合研究センターの佐藤一彦研究センター長をプロジェクトリーダーとし、以下の研究開発を実施した。なお、平成25年度までは経済産業省の執行の下で事業を実施した。

4.1 平成28年度事業内容

本事業では、安定的に高機能な有機ケイ素部材を安価に提供するための革新的製造プロセスの確立を目的に、必要となる触媒及び触媒プロセスの技術開発を実施している。

平成28年10月に開催した中間評価において、本事業は高付加価値な有機ケイ素部材の製造方法の確立に向け意欲的な開発を行っており、製造工程の省エネ化・低コスト化や産業の国際競争力強化に貢献する産業戦略上重要なテーマであると高く評価されている。

研究開発項目①「砂からの有機ケイ素原料製造プロセス技術開発」

(1) 金属ケイ素を経由しないQ単位構造中間原料製造法の開発

ケイ砂を原料に用いる際の技術課題を抽出し、反応経路と触媒について有望な組合せを絞り込むことに成功した。さらに、砂とアルコールの反応により、テトラアルコキシシランを高収率で得る実用的な反応経路を見いだすなど、目標を大きく上回る成果を得た。

(2) Q単位構造中間原料からの有機ケイ素原料製造技術の開発

更なる検討を行う価値のある触媒や反応経路の候補を絞り込むことができた。また、固体触媒及び均一系触媒においても更なる検討を行う価値のある候補を絞り込み、目標をほぼ達成した。

(3) 砂からQ単位構造を基本構造とするビルディングブロック型の有機ケイ素原料製造法の開発

更なる検討を行う価値のある触媒や反応経路の候補を絞り込み、ケイ酸塩骨格を部分的に切り出すことに成功し、目標をほぼ達成した。

(4) 高活性ケイ素化学種を経由した有機ケイ素原料製造法の開発

手法の有効性について見極めを行い、高活性ケイ素化学種を経由する製造法は、有機ケイ素原料製造法としては不適であると判断した。

(実施体制：産業技術総合研究所、群馬大学、早稲田大学、(再委託先)大阪大学、(共同実施先) コルコート株式会社)

研究開発項目②「有機ケイ素原料からの高機能有機ケイ素部材製造プロセス技術開発」

(1) ケイ素-炭素結合形成技術

アリル化合物のヒドロシリル化などについて有効な反応経路や触媒の組合せを絞り込むことにより、世界最高性能の鉄触媒開発、工業的重要性の高いアリル系等の基質に有効な触媒開発等に成功し、目標を達成した。

(2) ケイ素-酸素結合形成技術

構造制御されたレジン構造、ポリシロキサン及びオリゴシロキサンの形成に有効な反応経路並びに触媒の組合せを絞り込むことにより、不安定なシラノールを合成・単離する製造プロセス開発、反応性官能基を持つシロキサンオリゴマーの高選択合成法開発、シロキサンポリマーの構造を精密に制御できる実用的な触媒反応開発等に成功し、目標を大きく上回る成果を達成した。

(3) ケイ素-ケイ素結合形成技術

工業的な有用性の観点も含めて有効な触媒を絞り込むことにより、モノシランからのジシラン製造において実用化に耐え得る収率、選択性及び寿命を有する触媒を見いだし、目標を大きく上回る成果を達成した。

(4) 触媒固定化基盤技術

技術の有効性について、工業的な有用性の観点も含めた見極めを行うとともに、ヒドロシリル化反応等に有効な鉄錯体触媒固定化の検討を行った。

(実施体制：産業技術総合研究所、大阪市立大学、群馬大学、早稲田大学、関西大学、(共同実施先) 東レ・ダウコーニング株式会社、昭和電工株式会社)

4. 2 実績推移

	24年度	25年度	26年度	27年度	28年度
実績額推移 一般会計（百万円）	200 (経済産業省)	200 (経済産業省)	—	—	—
需給会計（百万円）	—	—	210	619	331
特許出願件数 (件)	1	8	18	25	20
論文発表数（件）	0	0	3	8	12
学会・フォーラム等（件）	4	11	31	38	22

ただし、平成24、25年度の実績額は経済産業省直轄事業。

平成28年度実績は年度末見込み。

5. 事業内容

プロジェクトマネージャーにNEDO環境部 佐藤秀治主査を任命して、プロジェクトの進行全体の企画・管理を担当させ、プロジェクトに求められる技術的成果及び政策的効果を最大化させる。

また、国立研究開発法人産業技術総合研究所・触媒化学融合研究センターの佐藤一彦研究センター長をプロジェクトリーダーとして、以下の研究開発を実施する。

5. 1 平成29年度事業内容

研究開発項目①「砂からの有機ケイ素原料製造プロセス技術開発」

(1) 金属ケイ素を経由しないQ単位構造中間原料製造法の開発

SiO₂からテトラアルコキシシランへの変換反応の基盤技術構築として、変換が難しいもののコストメリットが見込まれるケイ素源に対する前処理プロセスを検討するとともに、現行製造法に対するプロセスの省エネルギー化及びCO₂排出低減効果を明確化する。また、SiO₂からテトラアルコキシシランへの変換反応の実用化検討として、ターゲットとなるテトラアルコキシシラン種を絞り込み、反応の段階的なスケールアップを検討することにより、パイロットプラントの基本的な設計指針を確立する。

(2) Q単位構造中間原料からの有機ケイ素原料製造技術の開発

砂からの有機ケイ素原料製造プロセス技術として、複数の反応経路を検討していたが、その

一つである高活性ケイ素化学種を経由する製造技術の開発（研究開発項目①（４））は平成２８年度で終了したことから、Ｑ単位構造中間原料から固体触媒及び均一系触媒を用いる有機ケイ素原料（アルキルシラン類及びヒドロシラン類）製造方法の開発を強化する。固体触媒については、その種類・反応条件の検討により、有望な反応経路の候補を見いだす。均一系触媒については、水素ガスを水素源とするヒドロシラン類の製造法について触媒効率の大幅な向上を目指し、触媒構造及び反応形式の改良、反応条件の検討等について最優先課題として取り組む。また、脱炭酸反応を利用した有機シラン製造法について、触媒・反応条件等を精査し、反応効率の向上及び基質適用範囲の拡大を図る。

（３）砂からＱ単位構造を基本構造とするビルディングブロック型の有機ケイ素原料製造法の開発

天然資源等からのビルディングブロック切り出し・形成のための反応経路、触媒及び反応条件を引き続き検討し、有望な原料及び反応経路を確定する。

研究開発項目②「有機ケイ素原料からの高機能有機ケイ素部材製造プロセス技術開発」

（１）ケイ素－炭素結合形成技術

工業的に重要であるが白金触媒の適用が難しいアリル化合物及び配位性置換基を有するオレフィン類と反応性置換基を有するヒドロシランとの組合せに重点的に取り組み、スケールアップを含め実用化に向けた取組を加速させる。また、白金触媒の代替を目指した鉄等の卑金属触媒の開発に関しては、工業的に重要な基質の反応を中心に、触媒の更なる高活性化を目指した検討を進める。

（２）ケイ素－酸素結合形成技術

シラノール類、反応性官能基を有するシロキサン類等のビルディングブロック製造法の実用化に向け、反応条件最適化、プロセスの改良、スケールアップの検討等を行うとともに、新たなビルディングブロックを開発する。クロスカップリング反応、精密重合反応等については触媒及びプロセスの改良を行うとともに、上記ビルディングブロックに適用し、構造が明確に制御されたオリゴシロキサンやポリシロキサンを開発する。これにより、シロキサン骨格の構造と物性の相関に関する基礎的な知見の蓄積を行うとともに、従来品を凌駕する高い性能又は新たな物性・機能を有する部材開発の検討を開始する。

（３）ケイ素－ケイ素結合形成技術

ジシラン製造技術について、収率、選択性及び触媒寿命を向上させるため、担持金属種及び触媒担体の最適化並びに触媒調製方法の最適化を継続して検討するとともに、ジシランを濃縮可能な分離剤及びジシランの濃縮方法について検討を開始する。

(4) 触媒固定化基盤技術

ヒドロシリル化用鉄錯体触媒等による均一系触媒と同等程度の触媒活性を示す固定化触媒の開発を目指し、引き続き担体の種類、固定化手法等の検討を行う。

調査項目 「有機ケイ素に関する技術動向と市場の調査」

有機ケイ素原料、及び有機ケイ素部材の技術動向及び市場調査を行うとともに、ユーザーが必要とする高機能有機ケイ素部材の種類、性質、及びその開発の方向性を調査する。

5. 2 平成29年度事業規模

委託事業

需給勘定

215百万円（継続）

※事業規模については、変動があり得る。

6. その他重要事項

(1) 評価の方法

NEDOは、技術的及び産業技術政策的観点から、研究開発の意義、目標達成度、成果の技術的意義及び将来への波及効果等について、技術評価実施規程に基づき、プロジェクト評価を実施する。外部有識者による中間評価を平成31年6月～平成31年11月に実施する。

(2) 運営・管理

NEDOは、主としてプロジェクトリーダーを通して研究開発実施者と緊密に連携し、研究開発の進捗状況を把握する。具体的には、プロジェクトリーダー、委託先機関等からのヒアリングにより、開発目標に対する成果状況などの報告を受け、運営管理に反映する。また、優れた研究成果を上げるために、研究加速についても弾力的に対処するなど予算の効果的配分に努める。さらに、外部有識者で構成する技術検討委員会を組織し、定期的に技術評価を受け、目標達成の見通しを常に把握することに努める。

(3) 複数年度契約の実施

本事業は、平成28年度までの契約を期間延長し、平成31年度までの複数年度契約を行う。

(4) 知財マネジメントに係る運用

「NEDOプロジェクトにおける知財マネジメント基本方針」に従ってプロジェクトを実施する。

7. スケジュール

(1) 委員会

平成29年7月～平成30年2月・・・技術検討委員会（予定）

(2) 公募（調査項目）

平成29年9月中旬・・・公募開始

平成29年9月下旬・・・公募説明会

平成29年9月下旬・・・公募締め切り

平成29年10月上旬・・・採択先決定

8. 実施方針の改定履歴

平成29年4月、制定。

平成29年9月、「調査項目」の追加に伴う改訂。

平成29年10月、「調査項目」の委託先決定に伴う改訂。

(別紙) 平成29年度「有機ケイ素機能性化学品製造プロセス技術開発」実施体制図

