

## 「有機ケイ素機能性化学品製造プロセス技術開発」基本計画

材料・ナノテクノロジー部

## 1. 研究開発の目的・目標・内容

## (1) 研究開発の目的

## ① 政策的な重要性

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（CO<sub>2</sub>）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。

本プロジェクトは、我が国が抱える環境・エネルギー制約等の構造的課題を克服するために、国内トップレベルの実施主体による産学連携研究体制で進める長期プロジェクトである未来開拓型研究として実施しているものであり、また、内閣府総合科学技術会議が策定した、「科学技術イノベーション総合戦略（平成29年6月2日、閣議決定）」において、エネルギーシステム全体を横断して各分野の機能を維持・向上し、大幅な省エネルギーへ貢献する重要な技術として位置付けられている。

## ② 我が国の状況

有機ケイ素工業は化学産業の中でもシリコン等の高機能な部材を提供するものであり、炭素系材料と比べて高価ではあるものの、電子材料分野や塗料分野等、幅広い産業で使用されている。しかし、現在の有機ケイ素工業は、主原料のSiO<sub>2</sub>をSi金属に変換する工程を含むプロセスに依存しており、この工程で多大なエネルギーを必要とする。このことが、シリコン等の有機ケイ素部材が高価となっている要因の一つである。このため、Si金属を経由しない有機ケイ素製造プロセスの確立が求められている。

また、有機ケイ素工業においてシリコ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、部材中に残存する使用法の場合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ンは、安定性、耐侯・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。

### ③ 世界の取組状況

有機ケイ素部材の世界市場は2013年調査で推定1.3兆円であり、年率6%の成長が見込まれている。日本企業のシェアは出荷額ベースで約20%を占める。世界でも屈指の生産規模を有する信越化学工業、高付加価値用途であるSi系LED封止材でトップシェアを有する東レ・ダウコーニングなど、この分野の日本企業は高い技術力を有している。本プロジェクトで解決を目指す技術課題は世界的にも解決が求められており、有機ケイ素部材の製造にかかる触媒については、企業や大学等で主に基礎的レベルでの個別の技術開発が進められている。一方、SiO<sub>2</sub>から金属ケイ素を経由しない有機ケイ素の製造プロセスについては、世界的に見ても例がない状況である。

### ④ 本事業のねらい

本プロジェクトでは、有機ケイ素製造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、前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。

## (2) 研究開発の目標

### ① アウトプット目標

本事業の終了時及び中間時点におけるアウトプット目標は以下のとおりとする。

#### 【最終目標】

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

・1kgスケールでケイ砂の反応率50%、有機ケイ素原料の反応率50%、及び選択率50%を達成する。ただし、別紙1に記載されている研究開発内容のうち(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)については、反応率70%及び選択率70%を達成する。

・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、その工業的实施可能性を1kgスケールで検証する。

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

・1kg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】

#### 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

##### 【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。

##### 【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。

##### 【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。ただし、別紙1に記載されている研究開発内容のうち(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)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

##### 【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。

##### 【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。

##### 【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。

#### ② アウトカム目標

新規有機ケイ素原料製造プロセスの実用化により、2030年には従来プロセスによる製造と比較して44万kL/年の使用エネルギーを削減するとともに、101万t/年のCO<sub>2</sub>排出量削減が期待される。また、高機能有機ケイ素部材製造プロセスの実用化により、高機能有機ケイ素部材の提供が可能となり、LEDや太陽電池等、さまざまな製品の性能向上で省エネルギー化に貢献する。もって、有機ケイ素部材の提供価格の低下や性能の向上等によって適用分野を広げ、2030年には、有機ケイ素部材の日本の出荷額を1兆円規模に拡大することを目指し、産業競争力強化を達成する。

#### ③ アウトカム目標達成に向けての取組

本プロジェクトで開発した成果を基に、プロジェクト終了後に参画企業が実用化に向けた

検討を行い、事業化する見込みである。NEDOは、実用化が早期に達成されるよう、本プロジェクトの成果目標が着実に達成されるべく進捗管理を行うとともに、必要に応じて、各企業が主体的に実施する実用化に向けた技術開発への支援を行う。

### (3) 研究開発の内容

上記目標を達成するために、以下の研究開発項目について、別紙の研究開発計画に基づき研究開発を実施する。

#### 【委託事業】

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

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

本研究開発は、実用化まで長期間を要するハイリスクな「基盤的技術」に対して、産学官の複数事業者が互いのノウハウ等を持ちより協調して実施する研究開発であり、委託事業として実施する。

## 2. 研究開発の実施方式

### (1) 研究開発の実施体制

プロジェクトマネージャーにNEDO材料・ナノテクノロジー部の山田 浩主査を任命して、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。本研究開発は、我が国の将来の成長の糧となるイノベーションを創出する未来開拓研究プロジェクト「革新的触媒」において実施されるものであり、平成24年度に経済産業省が、企業、大学等の研究機関（委託先から再委託された研究開発実施者を含む）から公募によって研究開発実施者を選定し、共同研究契約等を締結する研究体を構築して開始したものである。平成26年度からNEDOが本研究開発の運営・管理を承継するに当たっては、その時点までの進捗状況を踏まえて研究開発を実施する。

なお、各実施者の研究開発能力を最大限に活用し、効率的かつ効果的に研究開発を推進する観点から、NEDOは研究開発責任者（プロジェクトリーダー）として、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選定し、各実施者はプロジェクトリーダーの下で研究開発を実施する。

### (2) 研究開発の運営管理

NEDOは、研究開発全体の管理、執行に責任を負い、研究開発の進捗のほか、外部環境の変化等を適時に把握し、必要な措置を講じるものとする。運営管理に当たっては、効率的かつ効果的な方法を取り入れることとし、次に掲げる項目を実施する。

#### ①研究開発の進捗把握・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。また、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。

## ②技術調査の実施

NEDOは、本技術開発に関する調査を実施し、その調査結果を適宜研究開発に反映させる。これにより、研究開発がより有効なものになるように、本事業の運営管理を行うこととする。

## 3. 研究開発の実施期間

平成26年度から平成33年度までの8年間とする。

なお、本プロジェクトは、平成24年度から平成25年度までは経済産業省により実施したが、平成26年度からNEDOが実施する。

## 4. 評価に関する事項

NEDOは、技術的及び政策的観点から、研究開発の意義、目標達成度、成果の技術的意義及び将来の産業への波及効果等について、外部有識者による評価を実施する。

評価の時期は、中間評価を経済産業省での事業開始から通算して3年目（平成26年度）、5年目（平成28年度）、8年目（平成31年度）、事後評価を終了年度の次年度（平成34年度）とし、当該研究開発に係る技術動向、政策動向や当該研究開発の進捗状況等に応じて、前倒しする等、適宜見直すものとする。

また、中間評価結果を踏まえ、必要に応じ研究開発の加速・縮小・中止等の見直しを迅速に行う。

## 5. その他重要事項

### (1) 研究開発成果の取扱い

#### ①共通基盤技術の形成に資する成果の普及

研究開発実施者は、研究成果を広範に導入・普及するように努めるものとする。また、NEDOは、研究開発実施者による研究成果の広範な普及・導入を促進する。

#### ②標準化施策等との連携

本研究開発で得られた成果については、標準化等との連携を図るため、標準案の提案等を必要に応じて実施する。

#### ③知的財産権の帰属

本研究開発の成果に関わる知的財産権については、「国立研究開発法人新エネルギー・産業技術総合開発機構新エネルギー・産業技術業務方法書」第25条の規定等に基づき、原則として、全て委託先に帰属させることとする。

### (2) 基本計画の変更

NEDOは、当該研究開発の進捗状況及びその評価結果、社会・経済的状況、国内外の研究開発動向、政策動向、研究開発費の確保状況等、プロジェクト内外の情勢変化を総合的に勘案し、必要に応じて目標達成に向けた改善策を検討し、達成目標、実施期間、実施体制等、プロジェクト基本計画を見直す等の対応を行う。

(3) 根拠法

本プロジェクトは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に基づき実施する。

6. 基本計画の改訂履歴

平成26年2月、制定。

平成26年6月、プロジェクトリーダーの委嘱に伴う改訂。

平成26年7月、「技術調査の実施」の追記に伴う改訂。

平成27年2月、評価制度の見直しに伴う改訂。

平成29年2月、アウトプット目標と期限の追記に伴う改訂。

平成30年5月、NEDO担当部署の変更及びプロジェクトマネージャー変更に伴う改訂。

平成31年2月、(別紙2) 研究開発スケジュールの変更に伴う改訂。

## (別紙1) 研究開発計画

### 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. 研究開発の必要性

有機ケイ素原料の製造プロセスの省エネ化を実現するためには、砂から金属ケイ素を経由せずに製造する基盤技術が必要となる。砂はケイ素原子の全てが酸素と結合しており、これら全てのケイ素-酸素を開裂するのではなく、必要な分だけを選択的に開裂させて有機基に置換した有機ケイ素原料を合成する反応経路を確立する。すなわち、反応経路として、砂から、テトラアルコキシシラン等のQ単位構造中間原料を経由し、そのケイ素-酸素結合の一部をケイ素-炭素結合等に変換することによる、有機ケイ素原料製造法の開発や、高機能有機ケイ素部材の原料として期待されてい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、高活性ケイ素化学種を経る有機ケイ素原料製造法の開発等に取り組む。

#### 2. 研究開発の具体的内容

##### (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

砂からの有機ケイ素原料製造に当たり、固体原料である砂のケイ素-酸素結合を開裂することにより低分子化して、液体又は溶媒に可溶なQ単位構造中間原料(テトラアルコキシシランなど)に変換するルートに関する触媒技術の開発を行う。テトラアルコキシシランの合成に関しては、アルコール、金属アルコキシド、炭酸ジアルキル等をケイ砂(シリカ)と反応させる方法等を検討する。

##### (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

テトラアルコキシシラン等のQ単位構造中間原料からの有機ケイ素原料合成法として、有機化剤を用いて有機基をケイ素上に導入する方法、酸素原子を還元剤で取り除く方法等に有用な触媒技術の開発を行う。

##### (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

砂の規則構造を部分的に保持したQ単位構造を基本構造とするビルディングブロックを選択的に切り出すための触媒技術の開発を行う。

##### (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

砂から高活性ケイ素化学種を経由して有機ケイ素原料を製造する方法の開発を行う。

##### (5) その他の反応

金属ケイ素を経ずに有機ケイ素原料を効率的に製造する技術の開発は極めて難度が高いため、(1)～(4)以外の方法についても検討し、必要に応じて開発に着手する。

### 3. 達成目標

#### 【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。さらに、2. (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)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。

#### 【最終目標(平成33年度末)】

1kgスケールでケイ砂の反応率50%、有機ケイ素原料の選択率50%を達成する。さらに、2. (1)については反応率70%及び選択率70%を達成する。

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、その工業的实施可能性を1kgスケールで検証する。



## 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. 研究開発の必要性

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白金触媒であり、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。また、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、更に性能を向上させることが求められており、これにはコンタミの防止や構造制御が重要である。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。

これらの技術課題を解決するため、有機ケイ素部材の代表であるシリコーンの主要構造である「ケイ素－炭素結合」及び「ケイ素－酸素結合」、特異な電子・光物性を持つ有機ケイ素部材であるポリシランの主要構造である「ケイ素－ケイ素結合」の3つの基本的な含ケイ素結合形成のための触媒技術開発に取り組む。

### 2. 研究開発の具体的内容

#### (1) ケイ素－炭素結合形成技術

ケイ素－炭素結合形成法として、白金触媒を用いるヒドロシリル化反応や、有機マグネシウム原料を用いる方法が主として用いられているが、前者では触媒コストが高い、白金触媒が製品中に残存して製品品質に悪影響を及ぼすなどの課題が、後者では、原料のコストが高い、副生マグネシウム塩が多量に発生するなどの課題がある。これらの課題を克服し、更に高効率・高選択的な反応の開発を目指し、ヒドロシリル化反応用の非金属や卑金属触媒等の開発、及び高価な有機マグネシウムなどの有機金属原料を用いず副生塩が発生しない新規なケイ素－炭素結合形成技術の開発を行う。

#### (2) ケイ素－酸素結合形成技術

ケイ素－酸素結合は、原料であるクロロシラン類やアルコキシシラン類の加水分解反応で形成されるのが一般的であるが、ランダムに反応が起こり、結合形成の制御が容易ではない。そこで、反応を制御しつつ、特異的なシリコーン構造を構築するための技術として、ケイ素－酸素結合を選択的に形成できる触媒技術の開発や、シリコーン版のクロスカップリング反応技術の開発を行う。また、これらの技術を、はしご型ポリシロキサンやかご状シロキサンなど構造が制御されたシリコーンや、異なる単位構造が規則的に配列した規則性シリコーンなど、特徴的な物性が期待されるシリコーンの合成の検討に展開する。なお、得られるシリコーンの構造解析手法も検討する。

### (3) ケイ素-ケイ素結合形成技術

ケイ素-ケイ素結合形成に通常用いられる方法は、クロロシランをナトリウム等の金属を用いて還元的にカップリングさせる方法に限定されている。この方法では、構造制御は困難であり、また、塩素化合物やナトリウム塩などが生成物に混入してしまい、電子部材等に用いる場合は性能劣化の原因となる。そこで、ヒドロシランの脱水素縮合等によるケイ素-ケイ素結合形成法の開発とヒドロシラン等の原料の安価な製造法の開発を行う。

### (4) 触媒固定化基盤技術

ケイ素-炭素結合形成やケイ素-酸素結合形成等の有機ケイ素部材合成反応に高活性・高選択性を示す触媒活性種（分子触媒、金属ナノ粒子など）をシリカなどの担体に固定化することにより、有機ケイ素部材製造プロセスにおける触媒の分離・リサイクルを容易にし、製品純度を高めるだけでなく、連続流通プロセスでの生産性向上を実現させるための基盤技術の開発を行う。具体的には、触媒機能を最大化させるための担体の開発、担体への触媒活性種の固定化技術の開発、固定化触媒によるケイ素部材合成技術の開発及びプロセス化に向けた実用化研究について検討する。

## 3. 達成目標

### 【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。

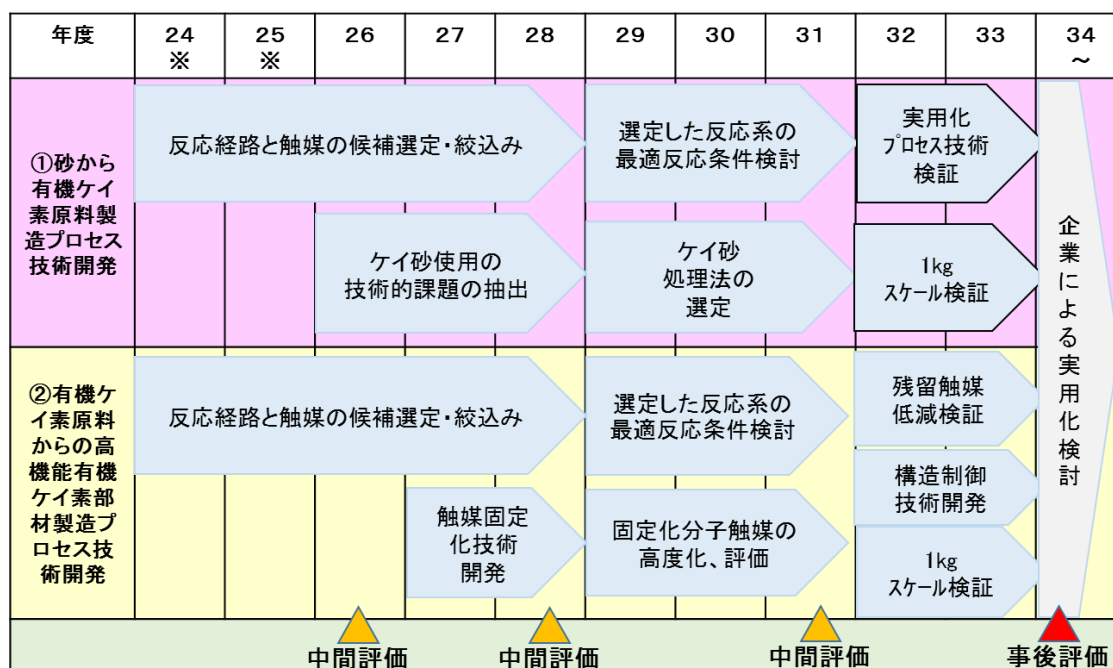
### 【中間目標(平成31年度末)】

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。

### 【最終目標(平成33年度末)】

1 kg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。

(別紙2) 研究開発スケジュール



※平成24年度から25年度は経済産業省直執行事業。

平成26年度からNEDO事業として実施。