

平成 2 6 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

独立行政法人新エネルギー・産業技術総合開発機構法第十五条第 1 項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、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」

【最終目標(平成 3 3 年度末)】

1 kg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。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 kg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。
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」

【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。

【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 「有機ケイ素製造プロセスの技術動向及び有機ケイ素部材の開発ニーズに関する検討」

4. 実施内容及び進捗(達成)状況

独立行政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25年度までの事業内容(経済産業省執行)

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」について、金属ケイ素を経由しないQ単位構造(ケイ素原子に酸素原子が4つ結合している構造)中間原料製造法の開発に関しては、炭酸ジアルキルを経由するアルコキシシランの製造方法について、二酸化ケイ素(SiO_2)の前処理方法、触媒の種類と量、反応時の導入ガスの圧力、反応温度、反応媒体等の様々な反応条件を最適化するための検討を実施した。その結果、24時間の反応でアルコキシシランを収率50%以上(SiO_2 基準)で製造することができる条件を見出した。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に関しては、水素を還元剤としてハロシランやアルコキシシランのケイ素-ハロゲンやケイ素-酸素結合をケイ素-水素結合に変換する触媒を探索し、一部の基質に対して有効な触媒を見出した。また、高活性ケイ素化学種を利用する方法については、高活性ケイ素化学種を発生させ反応を検討するための装置の設計を完了し、平成26年2月に完成する見込み。また、

理論化学計算により高活性ケイ素化学種と各種反応基質との反応を検討し、実験的検討を行うための情報を得た。（実施体制：産業技術総合研究所－再委託 群馬大学）

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」について、ケイ素－炭素結合形成技術のうちヒドロシラン化用触媒に関しては、中心元素の種類や配位子構造及びヒドロシランやオレフィンの構造が反応に与える影響を検討し、触媒構造と反応基質の適切な組み合わせに関する指針を得た。新規なケイ素－炭素結合形成技術に関しては、カップリング反応により有機ケイ素化合物を合成する反応について錯体触媒の触媒構造、温度・溶媒等の反応条件を検討するとともに、金属微粒子触媒等の利用についても検討し、有効な触媒を見出した。ケイ素－酸素結合形成技術において、選択的にケイ素－酸素結合を形成できる反応の開発に関しては、金属触媒や有機触媒等を用いた検討を引き続き行い、触媒構造や反応条件が生成物の構造に与える影響を幅広く探索し、選択的にアルコキシシランを合成可能な触媒を見出した。クロスカップリング反応に関しては、ルイス酸触媒や遷移金属触媒等を用いた検討を引き続き行い、中心元素の種類や反応媒体等の反応条件が触媒反応効率や選択性に与える影響を調べた。ケイ素－ケイ素結合形成技術において、脱水素カップリング反応に関しては、触媒の金属元素、構造、反応温度、反応時間、触媒濃度、反応基質濃度を変えて検討を行い、高次シランを90%以上の高転化率で生成する触媒を見出した。（実施体制：産業技術総合研究所－再委託 大阪市立大学・群馬大学・早稲田大学・関西大学）

4. 2 実績推移

	24年度	25年度
	委託	委託
実績額推移 一般勘定（百万円）	0（NEDO） 200（経済産業省）	0（NEDO） 200（経済産業省）
需給勘定（百万円）	0	0
特許出願件数（件）	1	2
論文発表数（報）	0	1
学会発表、フォーラム等（件）	4	6

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25年度実績は予定分含む。

5. 事業内容

独立行政法人産業技術総合研究所・触媒化学研究融合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26年度（委託）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」において、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関し、炭酸ジアルキルを経由してアルコールとSiO₂からアルコキシシランを製造する反応については、触媒の中心元素及び配位子構造・対イオンの種類を検討し、活性と反応条件下における触媒の安定性を見極めた上で、候補となる触媒を選定する。またアルコキシシラン合成を高効率に実現するための脱水剤について、脱水効率とその再生方法についても検討する。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に関し、水素を還元剤として用いる反応等において触媒の中心元素や配位子構造、反応条件の検討を継続し、触媒反応効率向上のための指針を得る。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に関しては、各種反応基質との反応を検討するとともに、触媒構造、温度・圧力・反応媒体等反応条件の検討を継続し、更なる検討を行う反応経路や触媒の候補を選定する。

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」において、ケイ素－炭素結合形成技術のうちヒドロシリル化反応用の触媒に関しては、中心元素や配位子構造等を引き続き検討するとともに、反応溶媒や温度等の反応条件、助触媒の効果等を検討する。新規なケイ素－炭素結合形成技術に関しては、カップリング反応により有機ケイ素化合物を合成する反応について、金属錯体及び金属微粒子触媒等の金属の種類、微粒子調製条件、温度や溶媒の種類等の反応条件を検討する。ケイ素－酸素結合形成技術のうち、選択的にケイ素－酸素結合を形成できる反応の開発に関しては、金属触媒や有機触媒の触媒構造や反応条件等を引き続き検討する。クロスカップリング反応に関しては、ルイス酸触媒や遷移金属触媒等を用いた検討を継続する。また、シリコーンの構造解析技術に関しては、各種スペクトルや理論計算による検討を実施する。ケイ素－ケイ素結合形成技術において、脱水素カップリング反応に関しては、高次シランの選択的製造に有効な触媒構造や反応条件について継続して検討し、触媒性能向上のための指針を得る。ヒドロシランの製造法に関しては、金属錯体触媒等について触媒構造や反応条件の検討を継続する。それぞれの課題において、必要に応じ反応機構等に関し理論計算によるシミュレーションによる検討も行う。以上の検討により、それぞれの課題について有効な反応経路や触媒候補を選定する。

調査項目 「有機ケイ素製造プロセスの技術動向及び有機ケイ素部材の開発ニーズに関する検討」において、有機ケイ素原料及び有機ケイ素部材の製造プロセスに関する技術動向と、ユーザーから見た新規有機ケイ素部材の開発ニーズに係る情報の収集を実施し、その結果を本事業の研究開発に活用する。

5. 2 平成26年度事業規模

委託事業

需給勘定

210百万円（新規）

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、技術評価実施規程に基づき、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、外部有識者による研究開発の中間評価を平成26年度に実施する。

(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。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。

本研究開発については、本年度に中間評価委員会有機ケイ素機能性化学品製造プロセス技術開発分科会において技術評価を実施し、その結果を事業計画に適切に反映し着実な運営を図る。なお、この技術評価はプロジェクト基本計画に予定されているものである。

(3) 知財マネジメントにかかる運用

「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

平成26年4月・・・事業開始

平成26年9月～平成27年3月・・・技術検討委員会（予定）

平成26年9月・・・プロジェクト評価（中間評価）

8. 実施方針の改定履歴

平成26年2月、制定。

平成26年6月、実施体制の決定及びプロジェクトリーダーの委嘱に伴う改訂。

平成26年7月、「調査項目」の追加に伴う改訂。

(別紙) 平成26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

