

「有機ケイ素機能性化学品製造プロセス 技術開発」(中間評価)

(2012年度～2014年度 3年間)

プロジェクトの概要 (公開)

研究開発成果について

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

2014年 9月26日

3. 研究開発成果について (1) 目標の達成度と成果の意義

◆ 個別研究開発項目の目標と達成状況

	目標	成果	達成度	今後の課題と解決方針
① 砂からの有機ケイ素原料製造プロセス技術開発	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。(出典:基本計画p.3)	1)シリカからテトラアルコキシシランを高収率・高選択的に製造可能な複数の触媒系を見だし、目標を上回る成果を得た。 2)モデル化合物において、水素ガスを還元剤としてヒドロシランを製造する触媒系を見だし、ほぼ目標を達成した。	○	・シリカからのテトラアルコキシシラン製造に関して、触媒等の改良、原料の種類の影響調査を進める。 ・メチルシラン類等の製造方法について、候補反応の探索を継続し、有望な反応を絞り込む。

◎ 大幅達成、○達成、△達成見込み、×未達

◆ 個別研究開発項目の目標と達成状況

	目標	成果	達成度	今後の課題と解決方針
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	<p>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。 (出典:基本計画 p.3)</p>	<ul style="list-style-type: none"> ・ヒドロシリル化反応用の卑金属(鉄やニッケル)錯体触媒等を開発し目標を達成した。 ・シラノールを合成する触媒的手法を開発し目標を達成した。 ・高選択的にアルコキシランを合成する触媒系を見いだす等の成果を挙げ目標を十分に達成した。 ・ケイ素-ケイ素結合形成に有効な複数の触媒候補を見だし、目標を達成した。 	○	<ul style="list-style-type: none"> ・ヒドロシリル化:触媒活性の向上、難基質への適用 ・シラノールの合成、縮合:基盤拡充・ターゲット絞り込み ・アルコキシランの選択的合成:適用範囲拡大、用途開拓 ・ケイ素-ケイ素結合形成:収率の向上、触媒の長寿命化

◆プロジェクトとしての達成状況

- 砂からの有機ケイ素原料製造技術に関しては、シリカからのテトラアルコキシシラン製造において、収率86%を達成し中間目標を上回る成果を得た。ケイ素-ケイ素結合形成技術では、脱水素カップリングにより効率的にケイ素-ケイ素結合を形成する触媒技術を見いだした。
- これらの成果は、従来技術に比べ大幅な省エネルギー・低コストプロセスとなると考えられ、将来的な市場の拡大につながるものと期待される。
- そのほか、シラノール製造法や選択的アルコキシシラン製造技術など、基盤技術として重要な技術の開発にも成功している。

3. 研究開発成果について (1) 目標の達成度と成果の意義

◆ 個別研究開発項目の目標と達成状況

1) 砂からの有機ケイ素原料製造プロセス技術開発

	目標	成果	達成度	今後の課題と解決方針
①-1 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	Q単位構造中間原料製造法について候補となる触媒を選定する	シリカからテトラアルコキシシランを高収率で得る触媒反応系を見だし、目標を大きく上回る成果を得た。	◎	触媒構造等の改良による反応のさらなる効率化、多様なケイ素源への対応
①-2 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	更なる検討を行う反応経路や触媒の候補を選定する	モデル化合物において水素ガスでヒドロシランを合成する触媒反応を見だし、目標をほぼ達成した。	○	Q単位構造中間原料を用いて検討し、候補を絞り込む。
①-4 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	更なる検討を行う反応経路や触媒の候補を選定する	高活性ケイ素化学種を発生・反応される装置を開発。やや進捗が遅れている。	△(H26年3月達成見込み)	さらなる検討を実施し、本手法の有用性に見極めをつける。
①-5 その他の反応	実験的な検討を行う反応候補の選定を行う	技術調査を実施するとともに、実験的検討を行う反応候補を選定。目標通りに進捗。	○	メチルシラン類等の製造法として、①-2や①-4より有望な候補を探索し、絞り込む。

3. 研究開発成果について (1) 目標の達成度と成果の意義

◆ 個別研究開発項目の目標と達成状況

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

	目標	成果	達成度	今後の課題と解決方針
②-1 ケイ素-炭素結合形成技術	それぞれの課題について有効な触媒及び反応条件を選定する	1)ヒドロシリル化反応用の鉄やニッケル系触媒、2)酸化のカップリングによるケイ素-炭素結合形成反応用触媒等を見だし、目標を達成した。	○	・ヒドロシリル化触媒に関しては、候補およびターゲットを絞り込む。 ・新規ケイ素-炭素結合形成技術に関しては、基盤拡充・候補絞り込み。
②-2 ケイ素-酸素結合形成技術	構造制御されたレジジン構造、ポリシロキサン、オリゴシロキサンの形成に有効な複数の反応経路や触媒候補を選定する	1) 不安定なシラノールを合成・安定化する触媒・反応条件、2) 非対称アルコキシシラン類を高選択的に合成する反応経路や触媒、3) クロスカップリング型シロキサン合成用触媒等を見だし、目標を上回る成果を達成した。	◎	・シラノールの縮合反応の制御 ・非対称アルコキシシラン等製造技術の高度化 ・シロキサンクロスカップリング反応の問題点の解明・制御・触媒絞り込み
②-3 ケイ素-ケイ素結合形成技術	それぞれの課題について複数の触媒候補を選定する	・ケイ素-ケイ素結合形成に有効な複数の触媒を見だし、目標を十分に達成した。	○	・収率および触媒寿命の向上

◎ 大幅達成、○達成、△達成見込み、×未達

◆知的財産権、成果の普及

	H24	H25	H26	計
特許出願(うち外国出願)	1 件	8 件(1 件)	12 件	21 件(1 件)
論文(査読付き)	0 件	0 件	2 件	2 件
研究発表・講演	4 件	11 件	14 件	29 件
受賞実績	0 件	0 件	0 件	0 件
新聞・雑誌等への掲載	0 件	0 件	12 件	12 件
展示会への出展	0 件	0 件	0 件	0 件

※平成26年9月20日現在

◆ 成果の普及

新聞報道

平成26年5月22日 化学工業日報
テトラアルコキシシラン
1段階で高効率合成
産総研 金属ケイ素経由せず

平成26年5月23日 日刊工業新聞
有機ケイ素原料安く合成
シリカから1段階で
産総研

平成26年5月22日 日刊産業新聞
NEDO
有機ケイ素原料
シリカから直接合成
省エネ・低コスト化推進

座談会広告記事掲載

平成25年10月22日 日経産業新聞
「脱石油依存」の可能性秘める触媒技術
～産学官で挑む夢のプロジェクト～

◆ 成果の普及

ホームページでの情報発信

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
ケイ素プロジェクト

学会誌でのプロジェクト紹介

平成24年10月 ケイ素化学協会誌

トピックス

昨日今日そして明日のケイ素化学

経済産業省有機ケイ素機能性化学品

製造プロセス技術開発プロジェクト

産業技術総合研究所 島田茂、佐藤一彦

◆ 成果の最終目標の達成可能性

	最終目標(平成33年度末)	達成見通し
① 砂からの有機ケイ素原料製造プロセス技術開発	<ul style="list-style-type: none"> ・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。 ・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。 	<ul style="list-style-type: none"> ・テトラアルコキシシランに関しては、反応経路・触媒に目処がついており目標達成が可能。 ・メチルシラン等の製造に関しては、候補反応を見いだすためのブレークスルーが必要。
② 有機ケイ素原料からの高機能有機ケイ素製造プロセス技術開発	<ul style="list-style-type: none"> ・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。 	<ul style="list-style-type: none"> ・選択的アルコキシシラン製造技術・シラノール製造法などに目処をつけており、今後具体的な部材候補へ適用することにより、目標達成が可能と見込まれる。 ・ケイ素-ケイ素結合形成技術に関して、反応経路と触媒候補を見いだしており、十分目標達成が見込まれる。