

# 「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)

(平成26－33年度 8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

(共同実施) 東レ・ダウコーニング(株)・昭和電工(株)・コルコート(株)

(再委託) 大阪大学

平成28年 10月28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	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。 (出典:基本計画 p.3)	<ul style="list-style-type: none"> <li>・砂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反応経路を絞り込むとともに、様々な天然原料が利用可能であることや従来法に比べコスト優位性を持つことを示し、目標を大きく上回る成果を得た。</li> <li>・固体触媒を用いたモデル反応において水素ガスによるアルコキシシランの水素化を見出すとともにアルキル化の有望な経路を見出し目標をほぼ達成した。</li> </ul>	○	—

◎ 大幅達成、○達成、△達成見込み、×未達

## 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
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	反応経路と触媒について有望な組合せを絞り込む。(出典:基本計画 p.3)	<ul style="list-style-type: none"> <li>・鉄触媒において世界最高性能を達成するとともに白金触媒の苦手とするアリル系基質等に有効な触媒を見出し、目標を達成した。</li> <li>・<math>\text{Si}(\text{OH})_4</math>とそのオリゴマーの合成と粉体化に世界で初めて成功するとともに、オリゴシロキサンの高選択合成法の開発やポリシロキサンの構造を精密に制御できる実用的な触媒反応の開発等に成功し、目標を十分に達成した。</li> <li>・モノシランからのジシラン製造において実用化に耐えうる収率・選択性・寿命を有する触媒を見だし、目標を大きく上回る成果を達成した。</li> </ul>	◎	—

◎ 大幅達成、○達成、△達成見込み、×未達

## ◆プロジェクトとしての達成状況

### ●目標を大きく上回る成果が得られた課題

#### 課題①: 砂からのテトラルコキシシラン製造技術

- ・安価な原料から低エネルギープロセスで製造可
- ・種々の天然資源利用可。従来法より低コスト

#### 課題②: ケイ素-酸素結合形成技術

- ・多彩なビルディングブロック製造技術を確立
- ・ポリシロキサンの構造精密制御技術を開発

#### 課題③: ケイ素-ケイ素結合形成技術

- ・実用化に耐える収率・選択性・寿命を有するジシラン製造触媒を開発

●その他の課題も概ね順調に進展。従来技術に比べ大幅な省エネルギー・低コストプロセスの達成および高性能有機ケイ素材料の開発により、将来的な市場の拡大につながるものと期待される

## 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	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	砂とアルコールの反応で、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。	◎	—
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	更なる検討を行う触媒や反応経路の候補を絞り込む	固体触媒および均一系触媒においてさらなる検討を行う候補を絞り込み、目標をほぼ達成した。	○	—
①-3 砂からQ単位構造を基本とするビルディングブロック型有機ケイ素原料製造法の開発	更なる検討を行う触媒や反応経路の候補を絞り込む	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。	○	—
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	本手法の有効性を見極める	有機ケイ素原料製造法としては不適であると見極めた	○	—
①-5 その他の反応	今後の検討可能性について判断する	大気圧プラズマ用反応装置を作製し、ごくわずかにSi-O結合からSi-C結合生成を確認。	△ (H29年3月達成見込み)	検討を継続し、本手法の今後の検討可能性を見極める

◎ 大幅達成、○達成、△達成見込み、×未達

## 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反応経路や触媒の組み合わせを絞り込む	1) 鉄触媒で世界最高性能の触媒を開発、2) 工業的重要性の高いアリアル系等の基質に有効な触媒を開発、等に成功し、目標を達成した。	○	—
②-2 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、オリゴシロキサンの形成に有効な反応経路や触媒の組み合わせを絞り込む	1) 不安定なシラノールを合成・単離する製造プロセス開発、2) 反応性官能基を持つオリゴシロキサンの高選択合成法、3) ポリシロキサン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。	◎	—
②-3 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	・モノシランからのジシラン製造において実用化に耐えうる収率・選択性・寿命を有する触媒を見だし、目標を大きく上回る成果を達成した	◎	—
②-4 触媒固定化基盤技術	触媒固定化の有効性を、工業的な有用性の観点も含めて見極める	ヒドロシリル化反応等に有効な鉄錯体触媒について、固定化を検討中。進捗がやや遅れている。	△ (H29年3月達成見込み)	検討を継続し、本固定化手法の有効性を見極める

## ◆ 知的財産権、成果の普及

	H24	H25	H26	H27	H28	計
特許出願(うちPCTおよび外国出願)	1件	8件 (1件)	18件 (1件)	25件 (8件)	12件 (9件)	64件 (19件)
論文(うち査読付き)	0件	0件	3件 (3件)	4件 (4件)	9件 (9件)	16件 (16件)
外部発表・講演	4件	11件	28件	48件	13件	104件
受賞実績	0件	0件	0件	0件	0件	0件

※平成28年10月27日現在

## ◆ 成果の普及

メディア掲載日	掲載メディア
平成28年 5月28日	日本経済新聞
平成26年 5月30日	化学工業日報
平成26年 6月2日	日刊工業新聞

日本化学会ATPセッション  
「天然資源としてのケイ素が鍵を握る  
機能性材料」 平成28年3月25日





# ◆ 成果の普及

## ホームページでの情報発信

経産省未来開拓研究プロジェクト(平成24-25年度) / NEDOプロジェクト (平成26-33年度)

### 有機ケイ素機能性化学品製造プロセス技術開発

(ケイ素プロジェクト)

ホーム | プロジェクトについて | 研究体制 | メンバー | 研究成果 | トピックス | リンク

### プロジェクトの概要

本研究開発では、以下の2つの研究課題に取り組むことにより、有機ケイ素材料の性能向上、新機能発現とともにコストダウンを達成し、エネルギー関連部材・電子機器用部材をはじめとする高性能・高機能部材開発を通して、有機ケイ素部材の市場拡大に繋がる基礎技術の開発を行います。

→プロジェクト概要へ

### トピックス

- 2016年09月26日 [研究成果を更新しました。](#)
- 2016年06月10日 [Chem-Stationにて、『ヤナスキューブの合成と構造決定に関する研究』が紹介されました。](#)
- 2016年05月28日 [『ヤナスキューブの合成と構造決定に関する研究』がACIEのインサイドカバー・ピックアップに採用されました。](#)
- 2016年05月27日 [『ヤナスキューブの簡便な合成法を開発し、結晶構造の解析に成功 -2つの顔を持つケイ素と酸素からなる立方体-』](#)
- 2016年03月25日 [日本化学会第96春季年会にて、アドバンスド・テクノロジー・プログラム\(ATP\)『天然資源としてのケイ素が鍵を握る機能性材料』を開催しました。](#)

→トピックス一覧へ



**産総研**  
National Institute of  
Advanced Industrial Science and  
Technology  
ABT  
国立研究開発法人 産業技術総合研究所



**KIC** 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

## 産総研テクノブリッジフェア で成果を企業にアピール



開催中!  
テクノブリッジフェア2016  
in かつば 2016.10.20(金)・21(土)  
会場: 産業技術総合研究所(かつば) 講堂 9:30~17:00

### ケイ素化学基幹原料の合成と その用途展開

砂から高機能有機ケイ素部材を創り出す

- 省エネルギープロセスによる有機ケイ素原料製造技術
- 高機能ケイ素基材料のための触媒技術および製造技術開発
- 高度な選別装置を付帯するペースタル触媒技術


関連技術分野: 触媒技術、グリーンケミストリー  
連携先業種: 製造業(化学)、製造業(電子部品・デバイス)

研究のゆかり

有機ケイ素基材料は、耐熱性、耐酸性、耐光性等の優れられた特性を有しており、他の材料では代替できない材料として極めて広範な分野で活躍しています。産総研では、高機能有機ケイ素基材料を創り出すことで最先端な触媒技術を開発することで、製造プロセスの高度化・省エネルギー化を実現するとともに高機能有機ケイ素基材料の開発を目指しています。特に、有機ケイ素基材料ではこれまで開発できなかった、高度な選別装置を付帯する触媒技術の開発に取り組んでいます。

研究内容

砂(SiO<sub>2</sub>)を原料に、従来法に比べ大幅な省エネルギー化を実現し、有機ケイ素基材料の触媒技術を開発する技術の開発を進めており、ナノレベルの反応制御に成功し、高機能有機ケイ素基材料の製造を実現しています。また、ナノレベルの反応制御の一部のアルケンを触媒に適用し、高機能有機ケイ素基材料を製造する触媒技術の開発にも取り組んでいます。これまで開発した高機能有機ケイ素基材料の性能向上・安定化に関する開発も進めています。



## 産総研一般公開にてプロジェクトの概要・成果紹介



産総研 一般公開  
7/23 9:30~16:00  
カガクでスポーツをもっと楽しく!  
HRP-2改  
走り出す、アタマとミロロが

### 34 “砂から未来材料”を目指して



砂から未来材料を目指して  
産総研(かつば)にて開催中

## ◆ 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"> <li>・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。</li> <li>・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。</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>・テトラアルコキシシランに関しては、高収率・高選択的かつ従来法より低コストで製造可能な反応経路を絞り込んでおり十分目標達成が見込まれる。</li> <li>・有機シラン等の製造に関しては、候補反応を見いだしており、目標達成が可能と見込まれる。</li> </ul>
② 有機ケイ素原料からの高性能有機ケイ素製造プロセス技術開発	<ul style="list-style-type: none"> <li>・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。</li> <li>・有機ケイ素部材中の残留触媒の低減を達成する。</li> <li>・有機ケイ素部材の構造制御技術を確立する。</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>・高活性鉄触媒やアリル系基質等のヒドロシリル化触媒等を見出しており、目標達成が可能と見込まれる。</li> <li>・シラノール系ビルディングブロック製造、オリゴシロキサンを選択的合成、ポリシロキサンの構造制御等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で、目標達成が可能と見込まれる。</li> <li>・ジシランの製造に関して、実用化に耐える収率・選択性・寿命を持つ触媒を見いだしており、十分目標達成が見込まれる。</li> </ul>

## ◆本プロジェクトにおける「実用化」の考え方

当該研究開発で開発された技術によって製造されたサンプルの顧客への提供が開始されることをいう。

## ◆ 成果の実用化の見通し

## ① 有機ケイ素原料製造技術

テトラアルコ  
キシシラン製  
造技術  
 $\text{Si}(\text{OR})_4$

有機・ヒドロシラ  
ン類製造技術  
 $\text{Me}_2\text{Si}(\text{OMe})_2$   
 $\text{H}_n\text{Si}(\text{OMe})_{4-n}$

② Si-C結合  
形成技術

ヒドロシリル化  
触媒技術  
鉄触媒  
アリル系用触媒

② Si-O結合  
形成技術

ビルディングブ  
ロック技術  
ポリシロキサン  
構造制御技術

② Si-Si結合  
形成技術

高次シラン  
製造技術  
 $\text{Si}_2\text{H}_6$

実用化が有望な技術

実用化が期待される技術

実用化の可能性が出てきた技術



シリコーンレジン



シリコーンゴム

シーリング剤  
コーティング剤

はく離紙



シランカップリング剤



封止材



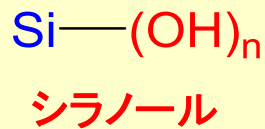
薄膜シリコン



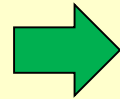
半導体関連材料

## ◆波及効果

### 無水条件でのシラノール合成



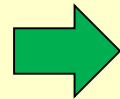
不安定で利用困難なものが多かった



様々な研究への利用が可能となった  
学術の推進・他分野への波及

- ・種々の材料の形成過程の解明
- ・新規材料開発
- ・生物分野への展開

### 砂からのテトラアルコキシシラン 製造技術



無機材料分野での利用

### 産業人材育成

本プロジェクトは、企業から集中研に出向している研究者との日常的な共同研究を通して、産総研所属の研究員・博士研究員・テクニカルスタッフ等の産業人材育成に大きく貢献している。また、プロジェクト参加企業におけるOJT(On-the-Job Training)により、企業での研究開発を実地で体験する機会を得ている。