P-4

物質・材料

砂を原料とするケイ素化学基幹原料の直接合成

■ はじめに

テトラアルコキシシランは、セラミックスやゼオライトなどの無機材料や電子デバイス用の保護膜・絶縁膜などの原料として幅広い産業分野で利用されている基幹物質である。テトラアルコキシシランを製造するためには、中間原料として金属ケイ素を経由するが、これには大量の電気エネルギーを用いて高温でケイ石の還元反応を行う必要があり、エネルギー多消費で、高コストとなることが課題である。したがって、安価なシリカ(SiO_2)から直接合成する技術の開発が望まれているが、その技術的難易度の高さから、半世紀以上に渡って、金属ケイ素を経由したプロセスで工業的な生産が行われている。本研究では、砂や植物燃焼灰、産業副産物など、豊富で安価に存在するシリカ原料からテトラアルコキシシランを直接合成する事が可能な技術の開発に取り組んだ。

■ 活動内容

シリカを含有する原料とエタノールとの反応に、触媒として少量の水酸化カリウム、脱水剤として固体状無機物質であるモレキュラーシーブを共存させて加熱条件下で反応させると、反応時間3時間でテトラエトキシシラン(TEOS)が 高い収率で得られた。珪質頁岩を粉砕して得られた砂では、含有するシリカ基準で51%の収率でTEOSが生成した。もみ殻や稲わらのような農業副産物、笹やススキなど身近な植物を燃焼させた後に残った灰は比較的高いシリカ純度を有しており、これらを原料として反応を行うと69～78%の収率でTEOSを得ることができた。また合成石英を製造する際に出来る産業副産物を回収して原料として利用すると、72%の収率でテトラエトキシシランが得られた(表1)。

水酸化カリウムは、シリカの分解すなわちケイ素－酸素結合の切断を促進する働きがある。またモレキュラーシーブは、反応によって生成した水を吸着して反応系から取り除き、反応が逆方向に戻ってしまう事を防いで高収率化を実現している。モレキュラーシーブは固体状である為、反応後には容易に回収して、加熱や減圧する事によって再生して繰り返し使用する事ができる。

この技術は、安価で豊富に存在するさまざまなケイ素源を有効活用し、有機ケイ素原料の省エネルギー・低コスト製造の実現に貢献することができる。

表1 様々なケイ素源からのテトラエトキシシラン(TEOS)合成

ケイ素源	原料のSiO_2純度	TEOSの収率
砂[a]	90%	51%
もみ殻燃焼灰	93%	78%
稲わら燃焼灰	84%	72%
笹燃焼灰	73%	69%
ススキ燃焼灰	85%	75%
産業副産物[b]	95%以上	72%

a:青森県夏泊半島産(株式会社アサカ理研より提供)
b:合成石英製造時の副産物(クアーズテック株式会社より提供)

■ 関連情報等

「テトラアルコキシシランの製造方法」、深谷訓久、崔星集、崔準哲、堀越俊雄、佐藤一彦、安田弘之、PCT/JP2015/063017。

Fukaya, N.; Choi, S. J.; Horikoshi, T.; Kumai, H.; Hasegawa, M.; Yasuda, H.; Sato, K.; Choi, J.-C. *Chem. Lett.* 2016, *45*, 828-830.

本研究開発は、経済産業省未来開拓研究プロジェクト「産業技術研究開発(革新的触媒による化学品製造プロセス技術開発プロジェクト／有機ケイ素機能性化学品製造プロセス技術開発)」および国立研究開発法人 新エネルギー・産業技術総合開発機構「有機ケイ素機能性化学品製造プロセス技術開発」の一環として行った。

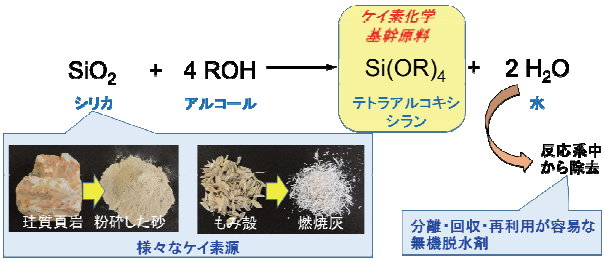

図1 テトラアルコキシシラン合成の化学式

代表発表者 深谷 訓久(ふかや のりひさ)
所 属 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
問合せ先 〒305-8565 茨城県つくば市東 1-1-1 中央第五
TEL:029-861-6398 FAX:029-861-4571
n.fukaya@aist.go.jp

■キーワード: (1)シリカ
(2)テトラアルコキシシラン
(3)ケイ素

■共同研究者: 崔準哲、崔星集、片岡祥、Nguyen Thuy (産総研)