

シリカを原料とする テトラアルコキシシランの高效率合成

SATテクノロジー・ショーケース2018

■ はじめに

テトラアルコキシシランは、シリコーンゴムの架橋剤や、半導体デバイスの絶縁膜などの、含ケイ素材料の原料として広く用いられている。しかし、テトラアルコキシシランの工業的な合成プロセスは、シリカを還元して金属ケイ素を製造する過程を経由する、エネルギー多消費なものとなっているため、シリカからテトラアルコキシシランを直接合成する手法が求められている。

当研究室では、シリカとアルコールから塩基触媒の存在下でテトラアルコキシシランを直接合成する研究を行っている。この反応では、副生成物として水が生成するため、この水を除去することで反応の平衡をより生成物側へ傾けることが重要であると考えられる。現在、モレキュラーシーブを脱水剤として用いており、反応容器から上がってくる、反応混合液の蒸気をモレキュラーシーブの容器で冷却・脱水し、再び反応容器に戻すといった、循環系の反応装置を用いている。よって、より反応混合液から水を蒸発させやすくすれば、目的物をより生成することが可能になると考えられる。

本研究では、反応の高效率化のために、添加溶媒の効果を利用したテトラアルコキシシランの合成を行った。反応溶液に、新たな溶媒(以下添加溶媒という。)を追加することで、水を本来より低い温度で蒸発させ、より穏和な条件で合成を行うことができると考えられる。反応条件が穏和になれば合成のコストの削減になり、合成プロセスの省エネルギー化が期待できる。

■ 研究内容

1. 反応条件および共溶媒の検討

エタノールを用いたテトラエトキシシランの合成における添加溶媒の効果の実験を行った。最初にヘキサンを共溶媒として選択し、反応温度及び圧力を変化させながら、共溶媒の共沸効果が最もあらわれる、反応条件を決めた。次に、ヘキサン以外の様々な溶媒を用いて合成を行い、テトラエトキシシランの収率から、添加溶媒の効果の有無を確かめた。反応の高效率化に効果のある溶媒は、アルコールとの比率を変化させて実験を行うことで、さらに収率の向上を目指した。

2. 反応中の気相及び液相の水分量

実際に添加溶媒の効果が、どのように反応に影響しているのかを検証する実験を行った。シリカや塩基触媒を加

えない条件で、アルコールと共溶媒のみで実験を行い、反応中の液相と気相それぞれの水分値及び組成を測定した。

3. 溶媒組成とモレキュラーシーブの脱水能

共溶媒を加えることで、モレキュラーシーブの脱水能にどれほど影響があるのかを確かめる実験を行った。上記2.の項目で得られた結果も利用して、任意の溶媒組成で混合溶媒を用意し、そこにモレキュラーシーブを加え、一定時間後の水分値を測定した。

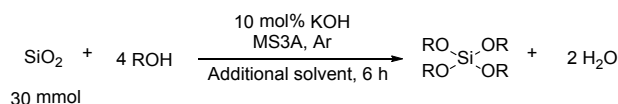


Figure. 反応概略図

■ 関連情報等

本研究は、NEDO「有機ケイ素機能性化学品製造プロセス技術開発」プロジェクトの支援の下で行われた。

■キーワード: (1)シリカ
(2)テトラアルコキシシラン
(3)モレキュラーシーブ

■共同研究者: 深谷 訓久

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
触媒固定化設計チーム
茨城大学大学院 理工学研究科

代表発表者 深谷 圭祐(ふかや けいすけ)
所 属 茨城大学大学院 理工学研究科
博士前期課程 理学専攻
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
触媒固定化設計チーム
問合せ先 〒305-8565 茨城県つくば市東 1-1-1 中央第 5
Email: k.fukaya@aist.go.jp